

Title	面外共振振動を用いた多結晶シリコン薄膜メンブレンの疲労試験( Dissertation_全文 )
Author(s)	種村, 友貴
Citation	Kyoto University (京都大学)
Issue Date	2013-05-23
URL	<a href="http://dx.doi.org/10.14989/doctor.k17789">http://dx.doi.org/10.14989/doctor.k17789</a>
Right	許諾条件により要旨・本文は2014-05-20に公開
Type	Thesis or Dissertation
Textversion	ETD

面外共振振動を用いた多結晶シリコン  
薄膜メンブレンの疲労試験

種村 友貴

## 目次

第1章	序論	1
1.1	本研究の背景	1
1.2	本論文の構成	5
第2章	多結晶シリコン薄膜の疲労寿命評価	7
2.1	MEMS と薄膜材料の機械的物性	7
2.2	多結晶シリコン薄膜の機械的物性	9
2.2.1	ヤング率と内部応力	9
2.2.2	破壊強度	10
2.3	薄膜材料の機械的物性評価法	11
2.3.1	単軸引張試験	12
2.3.2	曲げ試験	14
2.3.3	バルジ試験	16
2.3.4	せん断試験	17
2.4	従来の疲労寿命評価技術の課題と対策	18
2.4.1	試験片形状	18
2.4.2	荷重印加方法	20
2.5	まとめ	29
第3章	多結晶シリコン薄膜メンブレンの面外共振振動試験	30
3.1	原理と特長	30
3.2	試験片設計	32
3.2.1	設計指針	32
3.2.2	固有振動数設計	32
3.2.3	共振 $Q$ 値設計	35
3.3	試験装置と評価系	36
3.4	まとめ	39
第4章	実験方法	40
4.1	試験片の作製・準備	40
4.1.1	試験片作製プロセス	40
4.1.2	試験片の実装	46
4.2	応力ランピング試験	47
4.3	疲労試験	49
4.4	まとめ	51

第 5 章	実験結果 .....	52
5.1	試験片作製.....	52
5.2	試験系の特性.....	57
5.2.1	変位測定精度.....	57
5.2.2	試験片振動特性.....	59
5.3	面外共振振動試験.....	62
5.3.1	応力ランピング試験.....	62
5.3.2	一定応力振幅疲労試験（室温） .....	66
5.3.3	高温試験.....	67
5.4	まとめ .....	69
第 6 章	考察 .....	70
6.1	疲労破壊モデル.....	70
6.2	ランピング破壊強度.....	72
6.2.1	統計解析.....	72
6.2.2	疲労寿命の算出.....	73
6.3	一定応力振幅疲労強度.....	76
6.3.1	疲労特性の表面粗さと湿度依存性.....	76
6.3.2	疲労特性の温度依存性.....	78
6.3.3	疲労破壊断面の観察.....	82
6.3.4	単結晶シリコンとの比較.....	87
6.4	初期破壊強度の見積もり .....	88
6.4.1	初期強度の推定.....	88
6.4.2	亀裂寸法と亀裂進展速度.....	91
6.5	疲労寿命予測と応力設計.....	92
6.6	まとめ .....	96
第 7 章	結論 .....	97
参考文献	.....	100
ANSYS 用インプットコード	.....	108
業績・論文リスト	.....	116
謝辞	.....	119



## 第1章 序論

### 1.1 本研究の背景

LSI (Large Scale Integration) などの半導体集積回路の製造に用いられてきた微細加工技術を応用して、センサやアクチュエータ及び制御・処理回路を一括製造し、シリコンチップ上の微小領域に統合した超小型の機械システムは、MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) や MST (Micro System Technologies) またはマイクロマシン (Micromachines) と呼ばれる。1980 年代後半より、注目を集め始めた MEMS は、計測・光学[1]・情報通信[2][3]・化学[4]・医療[5]などの多岐の分野に渡って、様々なデバイスを実現してきた。特に計測分野におけるセンサには、圧電抵抗効果をもつダイヤフラムの圧力による変形を抵抗値変化で検出する圧力センサ[6]や、加速度による質量部の微小な変位を櫛歯間の微小ギャップの静電容量変化で検出する加速度センサ[7]、角加速度によるコリオリ力を静電容量[8]や圧電効果[9]を用いて検出するジャイロなどがあり、エアバッグ用センサや車体姿勢検知などの車載用途以外にも、スマートフォン（携帯電話）やゲーム機のコントローラなどの我々の生活に欠かすことのできない、多様な製品の高付加価値化（小型化、高機能化、安全化等）を支えるデバイスとして広く商用化されている。

MEMS は半導体製造技術を利用し、シリコンウェハ上の微小領域に機械-電気システムを一括して大量に製造するため、低コストでデバイスを供給できる[10]。MEMS では単結晶シリコン(Single Crystal Silicon: SCS)や多結晶シリコン(ポリシリコン, Polycrystalline Silicon: poly-Si)などの薄膜材料が MEMS の可動構造体として主に用いられており[11]、その理由は次の通りである。

- (1) 地殻中に多量に存在する元素であるため、安価で入手可能である。
- (2) 精製技術が半導体製造分野において確立されているため、高純度の材料が得られる。
- (3) 半導体製造で実績のある材料であるため、成膜・加工技術などの十分な蓄積がある。
- (4) 機械構造部品として MEMS に必要とされる破壊強度を満たせる材料である。

薄膜シリコン材料の電氣的物性値は、これまで半導体製造分野において電気伝導材料として用いられ、長く調査・研究されてきたため、すでに十分明らかになっている。一方で、構造体に必要な特性である機械的物性値を十分に把握しておかなければ、MEMS デバイスの機械的信頼性を確保し、使用中に構造破壊による故障が起こらないデバイスの設計を行うことができない。しかし、弾性係数や内部応力、破壊強度、疲労寿命など、可動部をもつ MEMS で初めて必要とされる機械的物性値は、未だ十分に測定されていないのが現状である。その中でも、疲労寿命に関する特性は、特にミラーデバイスやジャイロ、RF スイッチなどの高応力・高周波数に晒される MEMS デバイスの機械的信頼性を確保するために非常に重要である。さらに、膜厚がサブマイクロメートルと非常に薄くなった場合、結晶粒界や薄膜の表面粗さの影響を無視することができなくなり、バルクとは異なった機械的物性を示す[12][13]。従って、デバイスと同じプロセス条件で成膜された、同程度の寸法を持

つ薄膜材料の機械的物性を評価し、デバイス設計に反映する必要がある[14]。現在、MEMS の国際標準化が IEC/SC47F で進められており、薄膜材料の機械的物性評価手法の統一化が試みられているが、現在のところ確立された評価手法がないため、個々の研究者が独自の手法で、薄膜の機械的物性値を評価しているのが現状である。これが MEMS の発展を妨げる一要因となっている。

機械的物性値の評価を目的として、これまで引張試験[15]、曲げ試験[16]、バルジ試験[17]、せん断試験[18]など様々な手法が考案・適用されてきた。その結果、ヤング率、ポアソン比、内部応力、密着強度、破断強度などの重要な機械的物性値が明らかになってきたが、シリコンを構造体に用いた MEMS デバイスの寿命を保証するために必要な疲労寿命の印加応力や周囲温度、周囲湿度の依存性及びその疲労破壊メカニズムは、まだ十分に解明されていない[19][20]。

従来、室温におけるマイクロスケールのシリコンは脆性材料であるため、金属のように繰返し応力による転位が起こらず、疲労しない材料と考えられてきた[11]。しかし、1992 年に Connally らによって、単結晶シリコンが繰返し荷重による微小クラックの成長に起因して疲労破壊することが初めて報告された[21]。その後、複数の研究者からも、単結晶シリコンと多結晶シリコンの両方において、繰返し応力により疲労破壊が起こることが報告された[22]～[25]。シリコンの疲労寿命は、金属材料と同様に印加応力に依存する[26]ことに加えて、周囲の環境、特に湿度に強く依存することが明らかになっている。[27]～[29]。これらの結果に基づいて、いくつかのシリコンの疲労破壊モデルが提案されている。Muhlstein らは、周囲に水蒸気が存在すると、高い繰返し応力を印加されているシリコン薄膜の表面が酸化されることで、酸化シリコン膜を形成し、その酸化シリコン膜の応力腐食割れと、それによって露出したクラック先端のシリコン表面の酸化が繰返されることによるクラック成長メカニズム (stress corrosion crack by reaction layer)を提唱している[30]～[34]。近年では、透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM)を用いて、高応力が負荷された部分にのみ酸化シリコン膜が形成されることを示し[35][36]、真空中では、応力印加面に酸化シリコン膜が形成されないことを報告している[37]。一方で、Namazu らは、373 K においてナノスケールの単結晶シリコン梁の表面に転位が発生し、すべり線として原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope: AFM)で観察され、これを起点に疲労破壊が起こることを示唆している[38]。転位すべり面は、シャッフルセット転位によって{111}面で発生し、繰返し応力によって{111}面でクラックが成長・進展することで、疲労破壊が起こると述べている[39]。Kahn らは、疲労破壊のメカニズムを決定付けることは現段階の情報からではできないが、シリコン薄膜表面に自然酸化膜として存在する酸化シリコン膜と、それに加わる繰返し応力による機械的なダメージ及び、温度や湿度などの周囲雰囲気が疲労破壊に影響を与える要因であることは間違いないだろうと概説している[40]。

このような状況で、疲労破壊メカニズムを解明するためには、疲労寿命測定のばらつきを低減することが重要であると我々は考えた。従来の評価手法では測定のばらつきが大き

く、疲労破壊モデルへのフィッティングの精度が低いため、印加応力や周囲環境に対する疲労寿命の依存性や微細構造（結晶粒径）、不純物濃度、熱処理条件などの膜質の影響をばらつきと分離して評価できないため、薄膜の本質的な強度や疲労特性を明らかにできていないと考える。このばらつきの原因は、試験片が梁形状であるため、フォトリソグラフィとドライエッチングによりシリコン薄膜をパターンニングする必要があり、試験片の側面に生じる加工表面粗さ[41]が疲労寿命のばらつきを増大させているからである[42]。同一のプロセスから作製された試験片を、同じ印加応力・同じ環境条件で試験を実施した場合の寿命ばらつきは、薄膜の本質的な強度ばらつきを示すはずであるが、加工の影響による側面の凹凸によって、疲労寿命のばらつきが増大し、同一の印加応力と環境においても、3桁程度の疲労寿命ばらつきがあった[28]。これにより、薄膜本来の疲労特性を正しく評価できないだけでなく、シリコンの疲労破壊に影響を与える主要因が不明であり、疲労メカニズムを推定するための手がかりを得ることができていなかった。

MEMS プロセスにおけるフォトリソグラフィは通常、数百 nm の波長の光を石英などの基板上にクロム(Cr)などで形成したフォトマスクを利用してレジストを感光させパターンニングするため、パターン端面に数百 nm の凹凸が生じ、パターンニングされたレジストをマスク材料として、通常の反応性ドライエッチング(Reactive Ion Etching: RIE)で加工すると、側面の加工表面粗さは、サブミクロンオーダーとなる[41]。その結果、凹部の最も応力集中係数が高くなる点が破壊起点となり、その複雑な形状から試験片に印加されている最大応力を正確に評価することは困難となる。仮に平滑な側面として印加応力を計算すると、疲労寿命のばらつきの原因となる。このため、疲労寿命のばらつきを抑制し、薄膜の本質的な疲労破壊強度を明確にするためには、パターンニングによる加工面粗さの影響がない試験方法が必要であり、従来の手法から根本的に評価手法を見直すことが求められる。

実用デバイスにおいても、圧力センサ[6]やマイクロフォン[3]、波長可変フィルタ[43]のような MEMS デバイスでは、加工面のないメンブレン構造を可動部に用いている。特に、本研究では、膜厚が数百 nm の多結晶シリコン薄膜 2 層で空気層を挟みこんで形成される高反射エアミラーを対向させた構造(図 1-1)を用いたファブリペロー分光器[43]の信頼性評価と寿命予測を目標としている。この分光器では白色光が入射した際の透過波長はミラー間のギャップ長で決定される。入射光側のミラーをメンブレン構造とし、PZT(チタン酸ジルコン酸鉛)圧電薄膜を収縮させることでミラーをギャップ方向（メンブレン厚み方向）に駆動し、透過波長を制御している。そのため、可動する多結晶シリコン構造体の疲労寿命の確保が求められるが、これまでに報告されている梁構造を用いた疲労試験結果は、そのばらつきが大きいと、メンブレン構造のデバイスに対する寿命設計に適用できない。

従って、本研究の評価対象は多結晶シリコン薄膜のメンブレン構造とし、その膜厚をサブミクロンオーダーとする。シリコン材料のうち、多結晶シリコン薄膜は、単結晶シリコンよりも低コストで汎用性が高く、広く MEMS 構造体として用いられている。また、開発が必要な試験手法の仕様としては、メンブレン薄膜の疲労試験が可能であること、多結晶

シリコンの静的破壊強度（3 GPa）以上の応力を印加可能であること、ファブリペロー分光器の目標寿命（ $10^9$  回）と十分に短い試験期間（1 週間以内）から荷重印加周波数が 2 kHz 以上であることとする。

以上のことから、本研究の目的はファブリペロー分光器を想定した多結晶シリコンの可動メンブレン構造を試験対象とし、これを面外方向に変形させることで曲げ応力を印加し、その表面に最大応力を発生させる「メンブレンの面外共振振動試験法」により、多結晶シリコン薄膜の本質的な破壊強度を明らかにし、その疲労寿命を高精度で予測可能とすることである。まず、新たに提案した試験法で多結晶シリコンの強度ばらつきを側面の加工表面粗さの影響を排除して評価できることを実証する。本試験法は、メンブレンの外周部が支持枠を介して振動試験器に固定され振動し、その中心部に錘を持つメンブレンが共振によって変形することで、ファブリペロー分光器と同様の曲げ応力が多結晶シリコン薄膜の表面に印加されることを特徴とする。本手法を用いて、試験環境（湿度と温度）を変化させた時の多結晶シリコンの疲労寿命を評価することで、多結晶シリコン薄膜の疲労特性の温度・湿度依存性を明らかにする。

本論文では、「メンブレンの面外共振振動試験法」の原理を紹介し、発生応力と試験周波数の両方を満足する試験片の設計を述べた後、試験装置と評価系について説明する。次に、マイクロマシニングプロセス技術による試験片の作製方法とその結果、多結晶シリコンの膜質の評価結果を述べた後、試験片の基本的な振動特性を構築した評価系で測定する。疲労試験に先立ち、疲労試験で印加する応力の基準となる破壊強度を評価する目的で、応力振幅をランピングで増大させて、低サイクルでの繰返し応力に対する破壊強度を測定する。疲労試験は、疲労特性に与える影響が大きいと予測される温度と湿度を制御した試験環境で実施し、メンブレン構造の疲労寿命の環境依存性を評価する。評価結果をワイブル統計とパリス則を組み合わせ構築した疲労破壊モデルにフィッティングすることで、これまでに明らかにされていなかった疲労特性に対する支配要因を明らかにする。最後に、本質的な多結晶シリコン薄膜の疲労寿命の評価結果から算出された疲労特性結果を用いることで、メンブレン構造の多結晶シリコン薄膜に任意の応力が印加された時の疲労寿命を高精度に予測・設計する技術を確立する。

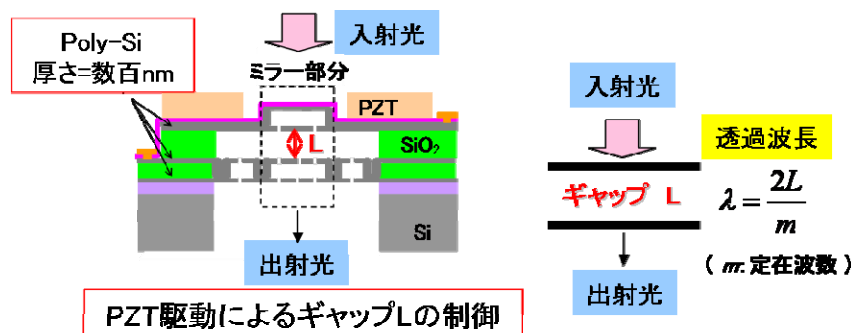


図 1-1 ファブリペロー分光器の構造と原理[43]

## 1.2 本論文の構成

第 1 章では、序論として本研究の背景及び目的について述べる。

第 2 章では、MEMS における機械的物性評価の必要性を示した後、これまでに明らかとなっている多結晶シリコン薄膜の機械的物性について述べる。続いて、これら进行评估するために用いられてきた、薄膜材料を対象とする機械的物性評価技術の現状を調査した結果を示す。従来の評価技術では、試験片のパターニング時に側面に加工ダメージを与えるだけでなく、サブミクロンオーダーの表面粗さが生じ、破壊強度と疲労寿命のばらつきを大きく増大させていたことを課題として挙げる。これらの調査に基づいて、パターニングの影響を排除することを目的としたメンブレン構造の試験片とそれに適した荷重方法を検討し、新しい疲労試験の方式と試験片構造の基本的な考え方を提案する。

第 3 章では、フォトリソグラフィやエッチングによるパターニング時の側面への加工ダメージや表面粗さの影響を排除して、破壊強度と疲労寿命を評価できる「メンブレンの面外共振振動試験法」の提案を行う。本方法は、中心部に錘を持つ厚さ  $1\text{ }\mu\text{m}$  程度の積層メンブレン構造の試験片を面外方向に振動させることで、錘が共振振動することを特徴する。「メンブレンの面外共振振動試験法」の原理と試験片設計について述べた後、疲労試験を行うための振動試験器や試験片の変形状をモニタリングするための変位計などから構成される試験装置及び評価系を新規に開発する。

第 4 章では、実験方法について述べる。マイクロマシニング技術により一体で形成される試験片の作製方法と実装方法について述べた後、応力ランピング試験と疲労試験の実施方法をそれぞれ述べる。応力ランピング試験では、疲労試験で印加する応力の基準となる破壊強度を把握する目的で、試験片が破壊するまで応力振幅を増大させ続けた際の破壊強度を評価する。疲労試験は、応力ランピング試験の破壊強度を基準として印加する応力振幅を決定し、試験片が破断するまで一定の応力振幅を印加し続けた時の繰返し応力回数を疲労寿命として測定する。

第 5 章では、実験結果を述べる。試験片の寸法や多結晶シリコンの膜厚や粒径、表面粗さ、膜中欠陥の有無などの膜質の評価結果を示した後、構築した試験装置と評価系の特性及び試験片の共振振動数や共振  $Q$  値などの振動特性を測定した結果を述べる。次に、作製した試験片を用いて応力ランピング試験の結果とワイブル統計による低サイクルでの破壊強度を算出した結果を示す。これを基準として疲労試験時の応力振幅を決定し、試験環境の湿度及び温度をパラメータとした際の疲労試験結果を S-N(Stress and Number of cycles to fracture)プロットで示す。

第 6 章では、前章までに示した試験の結果を踏まえ、本研究で得られた 3 つの主要な成果について考察する。第一に、応力ランピング試験によって評価された破壊強度において従来手法に比べてばらつきが小さく、新規に開発した試験手法が薄膜の本質的な強度を評価できることを示す。第二に、材料の表面粗さに起因して、薄膜表面に元々存在する初期亀裂が繰り返し応力によって、成長・進展していく疲労破壊モデルについて述べ、疲労試験結果を本モデルにフィッティングすることで、モデルの妥当性を示すと共に疲労特性を評価可能であることを示す。第三に、疲労寿命の湿度・温度依存性から疲労特性の支配パラメータを明確にし、疲労破壊面の観察と併せて、多結晶シリコンの破壊メカニズムを推察する。更に、初期破壊強度を見積もるため、応力ランピング試験の結果から疲労試験と同様の一定応力振幅を印加した場合の疲労寿命を見積もる。この結果を疲労試験結果の S-N 線図上へプロットし、破壊モデルにフィッティングすることで初期破壊強度を外挿により評価する。最後に得られた疲労特性を疲労破壊モデルに用いることで、多結晶シリコン薄膜構造体の疲労寿命予測と目標寿命を達成するための応力設計を行う。

第 7 章では、本論文から得られる結論を述べ、最後に今後の課題と展望について述べる。

## 第2章 多結晶シリコン薄膜の疲労寿命評価

本章では、MEMS における機械的物性評価の必要性を示した後、これまでに明らかとなっている多結晶シリコン薄膜の機械的物性について述べる。続いて、これら进行评估するために用いられてきた、薄膜材料を対象とする機械的物性評価技術の現状を調査した結果を示す。従来の評価技術では、試験片のパターニング時に側面に加工ダメージを与えるだけでなく、サブミクロンオーダーの表面粗さが生じ、破壊強度と疲労寿命のばらつきを大きく増大させていたことを課題として挙げる。これらの調査に基づいて、パターニングの影響を排除することを目的としたメンブレン構造の試験片とそれに適した荷重方法を検討し、新しい疲労試験の方式と試験片構造の基本的な考え方を提案する。

### 2.1 MEMS と薄膜材料の機械的物性

MEMS デバイスの機能や動作は、それを構成する微小構造材料の機械的物性値に大きく依存する。表 2-1 に機械的物性値が微小機械要素の設計に与える影響を示す。ヤング率と内部応力は、デバイスの感度や駆動周波数などの動作特性を決める重要な物性値である。例えば、薄膜ダイヤフラムを受圧素子に用いる圧力センサでは、薄膜のヤング率と内部応力によって、応力に対する変形量、つまり感度が決まる。薄膜の梁を振動子に用いる加速度センサやジャイロの場合、ヤング率と内部応力は振動子の固有振動数に影響を与える。さらに、内部応力が薄膜の厚さ方向に分布していると、基板からの分離後の薄膜構造体に反りが生じ、センサの設計を複雑化させる[44]。破壊強度はデバイス設計時の重要な機械的物性値のひとつである。大変形を伴って動作する薄膜構造体の場合、比較的大きな応力が構造体に印加されるため、特に重要となってくる。疲労寿命はデバイスの長期に渡る使用時の信頼性を決定する重要な物性値である。破壊強度や疲労寿命は、材料の使用環境（雰囲気、温度、湿度など）によって大きく変化する上、微小材料の場合、表面や結晶粒界の影響が顕著に現れるため、デバイスの実用化にあたってはその影響を明らかにし、信頼性を把握しておく必要がある。

表 2-1 薄膜の機械的物性とデバイス機能の関係

機械的物性	デバイス機能
ヤング率	動作特性
内部応力	(例：弾性構造体のばね定数、機械共振子の固有振動数)
	構造体形状 (例：内部応力分布に起因する薄膜構造体の反り)
破壊強度	最大許容応力
疲労寿命	デバイスの長期信頼性

MEMS デバイスでは、これまで機械的構造体の用途で使用された実績のない薄膜材料が多く用いられている。表 2-2 に MEMS デバイスに使用される主な材料、膜厚、適用デバイスを示す。MEMS 材料の中でも、単結晶及び多結晶シリコンは数  $\mu\text{m}$  の膜厚を容易に得ることが可能なため、構造体材料としての使用頻度が高く、様々な構造部に用いられている。バルク材の単結晶シリコンに関しては、すでに多くの機械的物性値が精密に測定されており、金属材料と比較しても遜色のない値が得られている。しかしながら、薄膜化した材料の物性値は通常、バルク材のそれとは大きく異なる上、同じ種類の膜でもプロセス条件（成膜条件、熱処理など）に依存して大きく変化する[45]。各種のプロセス条件が電気的特性に与える影響は、かなり明らかになっているが、機械的特性に与える影響については、部分的にしか明らかになっていない。また、膜厚が非常に薄くなった場合に、結晶粒界の影響や表面の効果が影響を与えるため[12][13]、薄膜材料の機械的物性の評価は、実際のデバイスの製造条件（プロセス条件）を決定した上で、実際に使われる寸法と同程度で行う必要がある。

表 2-2 薄膜材料とそれを用いた MEMS デバイス例

薄膜材料	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	デバイス例	機械的構造部
単結晶シリコン	数 $\mu\text{m}$ ～数百 $\mu\text{m}$	圧力センサ 加速度センサ ジャイロ 振動子 ミラーデバイス	ダイヤフラム 片持ち梁 ヒンジ フレーム
多結晶シリコン	数 $\mu\text{m}$ 以下	圧力センサ 加速度センサ ジャイロ 振動子 ミラーデバイス	ダイヤフラム 片持ち梁 ヒンジ フレーム
シリコン酸化膜	10 $\mu\text{m}$ 以下	AFM プローブ	片持ち梁
シリコン窒化膜	1 $\mu\text{m}$ 以下	AFM プローブ ミラーデバイス	片持ち梁 ダイヤフラム ヒンジ
金属薄膜	数 $\mu\text{m}$ 以下	ミラーデバイス	ダイヤフラム ヒンジ
圧電薄膜	数 $\mu\text{m}$ 以下	アクチュエータ	ダイヤフラム 片持ち梁
樹脂膜	数 $\mu\text{m}$ ～数十 $\mu\text{m}$	ミラーデバイス	ヒンジ



## 2.2 多結晶シリコン薄膜の機械的物性

本研究では、Low Pressure-Chemical Vapor Deposition (LP-CVD)で成膜された多結晶シリコン薄膜を疲労寿命評価の対象とするが、有限要素法 (Finite Element Method; FEM)による解析に必要なヤング率と内部応力や疲労試験の印加応力の基準となる破壊強度については、2.3 で後述する機械的物性の評価方法を用いることで、かなり明らかとなっている。

### 2.2.1 ヤング率と内部応力

多結晶シリコン薄膜のヤング率と内部応力を測定した結果を文献で調査した結果を表 2-3 示す。バルジ試験はヤング率と内部応力を同時に算出することができる優れた方法であり、引張試験はヤング率のみを評価できる。両試験方法を用いた場合、ヤング率は 160 GPa ほぼ一定である。膜応力は成膜温度と結晶化のためのアニール温度に大きく依存する。そのため、本研究ではヤング率を文献値の 160 GPa、内部応力は試験片作製用ウェハと同バッチで成膜したモニタウェハの成膜前後の反り量から算出した実測値(式(4-1)参照)を用いて FEM 解析を行うこととした。

表 2-3 多結晶シリコン薄膜のヤング率と内部応力

膜厚(μm)	成膜条件	試験方法	ヤング率(GPa)	内部応力(MPa)	文献
0.46	LP-CVD 620 °C + Anneal 1100 °C	バルジ	162	-350	Maier-Schneider [46]
0.20	LP-CVD 630 °C	バルジ	160	-180	Tabata [47]
0.53	LP-CVD 625 °C + Anneal 1050 °C	バルジ	160	-8	Gasper[48]
3.56	LP-CVD 580 °C + Anneal 1050 °C	バルジ	162	103 - 161	Jayaraman[49]
1.7	LP-CVD	引張	168	-	Tsuchiya[50]
1.5	LP-CVD (MUMPs)	引張	161	-	Sharpe[51]
3.5	LP-CVD (MUMPs)	引張	161	-	
3.5	LP-CVD + Anneal 950 °C	引張	164	-	Sharpe[52]
2.5	LP-CVD (Sandia)	引張	157	-	
2.0	LP-CVD (MUMPs)	引張	158	-	

## 2.2.2 破壊強度

従来の評価技術で測定された破壊強度結果を文献から調査し、その結果を表 2-4 にまとめて示す。多結晶シリコン薄膜は、様々な成膜・熱処理条件で作製されるため、同じ材料であっても破壊強度が異なる。また、多結晶シリコンの膜厚が厚くなると、破壊強度が低下する。これは、材料の強度に影響を与えるような薄膜中の欠陥の密度が寸法に依存せず一定であると仮定した場合、材料の寸法が大きい方がその欠陥を持つ確率が高くなり、低い応力で破壊する確率が高くなるためと考えられる。本研究で対象とするサブミクロンオーダーの膜厚においては、破壊強度は高々 3 GPa 程度であるため、3 GPa より大きな応力を発生できる試験方法を用いる必要がある。

表 2-4 多結晶シリコン薄膜の破壊強度

膜厚 (μm)	成膜条件	試験方法	破壊強度(GPa)	文献
10	LP-CVD	引張	0.566	Schweitz [53]
2	LP-CVD	引張	0.768	
1.9	LP-CVD	バルジ	1.38	Gaspar [48]
0.53	LP-CVD	バルジ	2.17	
4.0	LP-CVD	引張	2.9	Kapels [54]
3.5	LP-CVD (MUMPS)	引張	1.2	Sharpe [55]
1.8	LP-CVD 520 °C + Anneal 1000 °C	引張	2.0 - 2.7	Tsuchiya [15]

## 2.3 薄膜材料の機械的物性評価法

これまで報告されてきた微小な薄膜材料を対象とする機械的物性の評価試験方法を過去の文献から調査し、表 2-5 にまとめて示した。以下に、各試験方法と評価可能な機械的物性、試験片形状及び長所と短所について述べる。

表 2-5 従来の微小材料の機械的特性評価技術

試験方法	機械的物性	試験片形状	長所	短所	文献
単軸引張試験	ヤング率 ポアソン比 降伏応力 破壊強度 疲労寿命	直線梁	<ul style="list-style-type: none"> <li>最も直接的な応力評価</li> <li>試験片の設計が容易</li> <li>十分な発生力</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>微小ひずみの評価が困難</li> <li>試験片の断面寸法・形状のばらつき制御が困難</li> </ul>	[15][54][55] [56]~[62]
曲げ試験 (3点曲げ、 片持ち梁の曲げ)	ヤング率 降伏応力 破壊強度 疲労寿命	両持ち梁 片持ち梁	<ul style="list-style-type: none"> <li>試験片の設計が容易</li> <li>評価系が比較的簡易</li> <li>共振試験が可能</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>試験片の断面寸法・形状のばらつき制御が困難</li> <li>大変形時は単純な材料力学計算が適用できない</li> </ul>	[16][38] [39][46] [63]~[68]
バルジ試験 (2軸引張)	ヤング率 内部応力 ポアソン比 破壊強度 疲労寿命	メンブレン	<ul style="list-style-type: none"> <li>試験片の設計が容易</li> <li>十分な発生力</li> <li>加工ばらつきの影響無し</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>繰返し応力の周波数が低い</li> <li>メンブレンの端部で発生応力が最大となるため、単純な材料力学計算が適用できない</li> </ul>	[17][45][48] [69]~[79]
せん断試験	せん断弾性係数 破壊強度 密着強度	直線梁	<ul style="list-style-type: none"> <li>評価系が簡易</li> <li>十分な発生力</li> <li>他の手法には評価できない物性を評価可能</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>発生応力の評価が困難</li> <li>せん断ひずみの評価が困難</li> </ul>	[80][81]

### 2.3.1 単軸引張試験

引張試験は材料のヤング率や破壊強度といった、基本的な機械的特性値を最も直接的に評価できる手法であり、バルク材の特性評価にも一般的に用いられてきたため、薄膜材料の評価でも多くの研究者に採用されてきた。断面積  $A$  の試験片の一端に軸方向の荷重  $F$  で引張られたとき、応力  $\sigma$  とひずみ  $\varepsilon$  の関係式は、ヤング率  $E$  を用いて、次式で表される。

$$\sigma = \frac{F}{A} = E\varepsilon = E \frac{\Delta l}{l} \quad (2-1)$$

ここで、 $l$  は試験片の長さ、 $\Delta l$  は、試験片の伸び量である。引張試験の場合、あらかじめひずみに対する応力の傾きからヤング率を評価しておけば、試験片の伸び量から、試験片に印加されている応力を見積もり、更には破断強度を算出できる。しかし、引張試験を薄膜材料に適用すると、下記の問題点が生じる。

- (1) 薄膜試験片の厚さはサブミクロン～数十ミクロン、長さは 1 mm 程度であるため、試験片のハンドリングが非常に困難である。
- (2) 試験片の両端を機械的に把持して、試験器に固定することが困難である。
- (3) 試験片に生じる微小な伸びの検出が困難である。
- (4) 試験片が直線梁であるため、試験片作製時に側面へ加工ダメージや表面粗さが生じる。

(1)～(3)の問題点は、Tsuchiya ら[15]は、表面マイクロマシニング技術を使って、作製した引張試験片で基板から浮上させた片持ち梁の自由端を静電気力でチャック（吸引固定）し、ピエゾステージとロードセルで荷重と変位を測定する「静電チャック法」を開発した（図 2-1）。Sharpe ら[55]は、伸び変位を測定する目的で、試験片表面に形成した金属標点にレーザ光を照射し、反射光の干渉を用いて測定している（図 2-2）。これは、金属の材料試験でよく用いられる ISDG(Interferometric Strain/Displacement Gage)と呼ばれる変位測定法である。Ando ら[57]は、試験片と荷重負荷機構を一体化し、てこの原理で試験片の伸びを荷重点の変位に対して拡大して検出できる「オンチップ引張試験法」を開発した。これらの手法を用いると、直接的に応力とひずみを評価することができるだけでなく、ロードセルなどを用いて、十分な発生力を得られることから、破壊強度や疲労寿命を評価できる。しかし、図 2-4 に示すように、試験片をパターニングする際には、エッチング中のマスクの後退によるエッチング面荒れや、側面の保護とエッチングを繰り返すことによるスキヤロップ、オーバーエッチングによるノッチが発生する。この側面への加工ダメージと大きな表面粗さが(4)の問題点であり、破壊強度や疲労寿命の大きなばらつきを発生させ、これらの試験環境依存性を明確に把握することができなかった[28]。

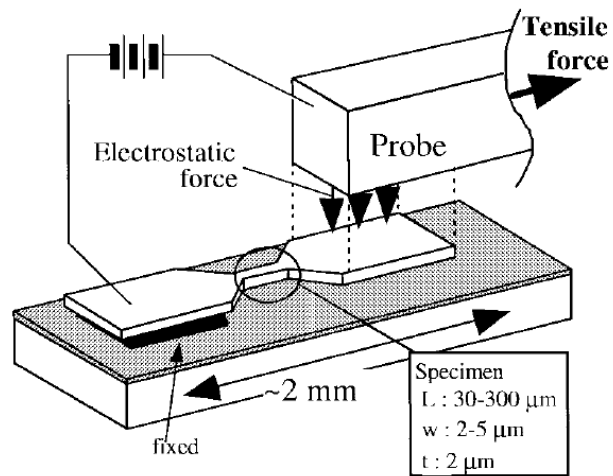


図 2-1 静電チャック法による試験片の把持

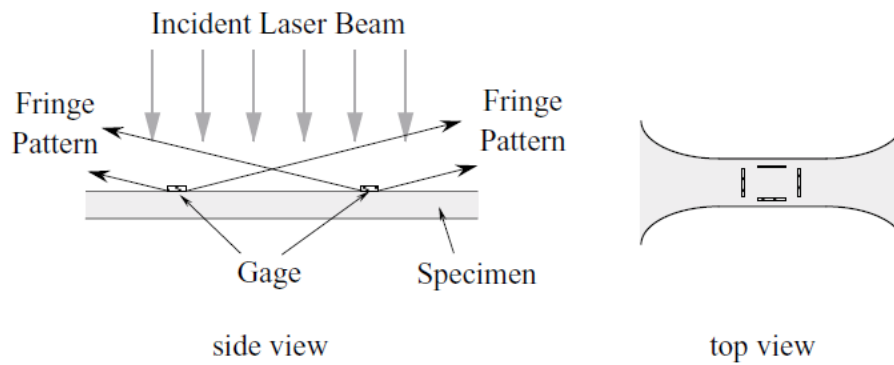


図 2-2 ISDG 法による伸び測定

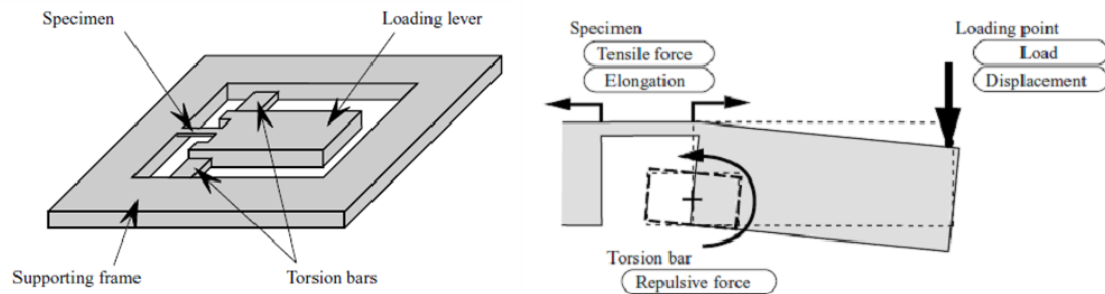


図 2-3: オンチップ引張試験法による引張試験

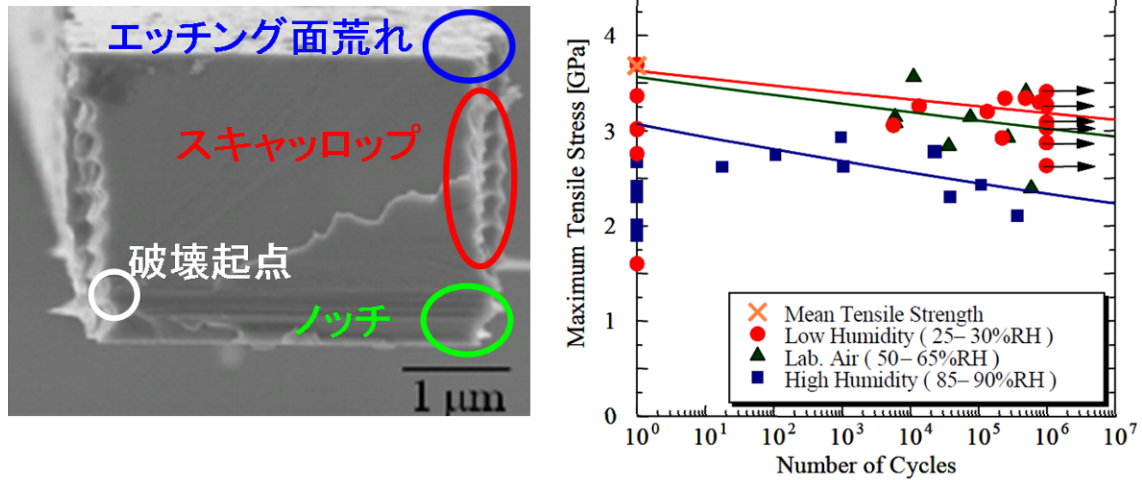


図 2-4 試験片断面と引張試験による疲労寿命の環境依存性

### 2.3.2 曲げ試験

曲げ試験法としては、3 点曲げ試験、片持ち梁の試験がある。ウィスカのように大きく、単体で取り扱える微小材料に対しては 3 点曲げが適している。一方、基板上に形成した薄膜では、下地膜をエッチングで除去し、片持ち梁に加工して試験する方が扱いやすい。

#### (A) 3 点曲げ試験

棒あるいは梁形状の試験片を 1 組のナイフエッジやロッドなどで単純支持し、その中央に図 2-5 に示すような鉛直方向の荷重を加える。この時、試験片に加わる荷重とたわみ量から、ヤング率や降伏応力などが得られる。試験材料には、直径 20～30 μm のウィスカ[68]や、同程度の厚さの梁[63]を使用している。荷重  $F$  とたわみ量  $\delta$  は、以下の関係式で表される。

$$F = \frac{48EI}{l^3} \delta \quad (2-2)$$

ここで  $l$  は支点間距離、 $I$  は断面二次モーメントである。

3 点曲げ試験法の利点として、試験片の設計が容易であること、荷重・変位評価系が単純なこと、試験片を試験器に固定する必要がないことなどが挙げられる。しかし、試験片には厚さ方向に応力勾配が生じ、発生応力が最大となる領域が異なるため、得られた材料の強度等は必ずしも単軸引張から得られる値と一致しない。また、微小材料の試験においては点接触で荷重を与えることは困難であるため、通常の方法力学での単純な計算式を強度計算に適用できない。

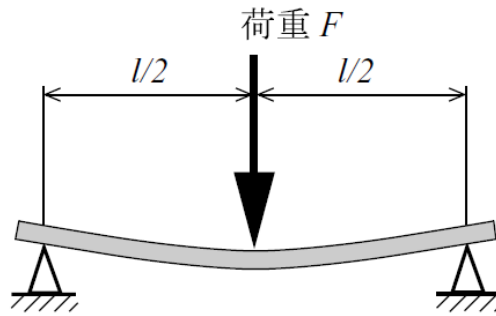


図 2-5 3 点曲げ試験

## (B) 片持ち梁の曲げ試験

一端を固定した片持ち梁の自由端に、図 2-6 のように鉛直方向の荷重  $F$  を加え、加えた荷重と変位を検出する。負荷機構には、SEM 中に設置したプローブや、AFM の探針を用いたものがある。3 点曲げ同様、片持ち梁における、荷重  $F$  とたわみ量  $\delta$  は、以下の関係式で表される。

$$F = \frac{3EI}{l^3} \delta \quad (2-3)$$

ここで、 $l$  は固定端から荷重点までの距離、 $I$  は断面二次モーメントである。

片持ち梁の曲げ試験の場合、マイクロマシニング技術によって、比較的容易に試験片を作製することができ、フォトリソグラフィを用いて、様々なサイズの試験片を一括かつ大量に用意できる。また、その他の特徴も 3 点曲げ試験と同様であり、荷重や変位の評価系は簡易であるが、大たわみ状態では単純な材料力学の計算が適用できない。しかし、曲げ試験においても、ピエゾステージに接続されたマイクロプローブなどを用いて、十分な発生力を得られることから、破壊強度や疲労寿命は評価可能である。

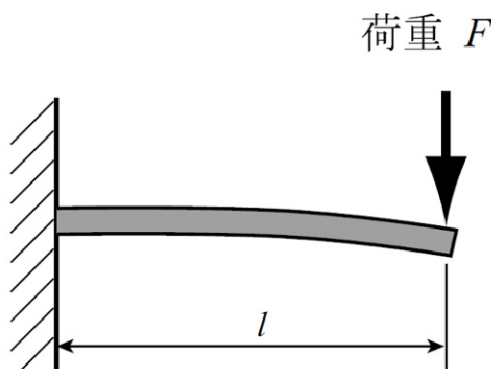


図 2-6 片持ち梁の曲げ試験

## 2.3.3 バルジ試験

基板に測定する被測定薄膜を成膜した後、基板の一部を裏側からエッチングで取り除いた、円形もしくは矩形型の薄膜メンブレンを対象として、圧力による変形を利用する MEMS 特有の試験方法をバルジ試験と呼ぶ。薄膜メンブレンの両面に圧力差を与えた時、薄膜は一方へたわむ（図 2-7）。メンブレンに圧力差  $P$  が生じると、メンブレンは圧力が小さい方向にたわみ、中心部で最大たわみ  $\delta$  が発生する。この時の矩形メンブレンの圧力とたわみの関係式は、エネルギー最小原理を用いて次のように表される。

$$\frac{P}{\delta} = C_1 \frac{t}{a^2} \sigma + C_2 \frac{t}{a^4} E \delta^2 \quad (2-4)$$

$$C_1 = \frac{\pi^4}{64} (1+n^2) \quad (2-5)$$

$$C_2 = \frac{\pi^6}{32(1-\nu^2)} \left\{ \frac{9+2n^2+9n^4}{256} - \frac{(4+n+n^2+4n^3-3n\nu(1+n^2))^2}{81\pi^2(1+n^2)+128n+\nu(128-9\pi^2(1+n^2))} \right\} \quad (2-6)$$

ここで、 $t$  はメンブレンの膜厚、 $2a$  は短辺長さ、 $2b$  は長辺の長さ、 $C_1$ 、 $C_2$  はメンブレン形状  $n=a/b$  とポアソン比  $\nu$  から求められる定数である。

式(2-4)において、内部応力  $\sigma$  とヤング率  $E$  がそれぞれ  $\delta$  の 0 次及び 2 次の項に独立に現れるので、メンブレンに加える圧力  $P$  を変化させながら、たわみ  $\delta$  を測定し、得られたデータから縦軸に  $P/\delta$  を、横軸に  $\delta^2$  をとり、最小二乗法で直線にフィッティングすることによって、傾きからヤング率を、切片から内部応力を同時に算出することができる。メンブレン形状  $n$  をパラメータとすることによって、さらにポアソン比  $\nu$  を測定した例もある[17]。また、従来はバルジ試験の適用が困難であった圧縮応力により座屈する薄膜を、引張応力の窒化シリコン膜を下地にし、膜厚平均内部応力を引張応力とした積層メンブレン構造を用いることによって、様々な薄膜のヤング率と内部応力を評価できる[70]。また、長辺端部の中点上で最大応力が発生するため、FEM 解析を用いてメンブレン破壊時の発生応力を算出することで、破壊強度も評価可能である。

バルジ試験は様々な機械的物性を評価できるだけでなく、薄膜メンブレンに対して完全に機械的に非接触な手法であり、メンブレン構造を用いるためパターニングによる側面への加工ダメージを排除することができる。



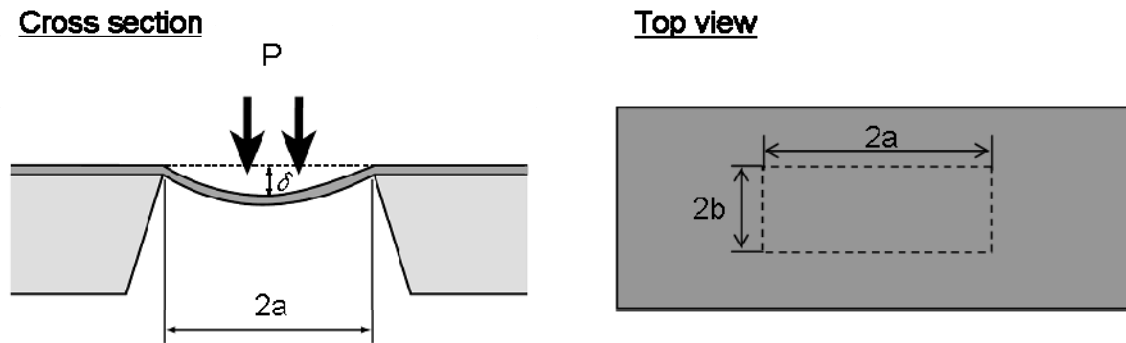


図 2-7: バルジ試験

### 2.3.4 セン断試験

せん断試験では、図 2-8 に示すように、薄膜に対してせん断応力を加えることによって、薄膜の破壊強度の他に、他の手法では評価が困難なせん断弾性係数や接触する薄膜との密着強度を評価可能である。せん断弾性係数  $G$  はせん断応力  $\tau$  とせん断ひずみ  $\gamma$  から式(2-7)を用いて算出される。

$$G = \frac{\tau}{\gamma} = \frac{Q}{A} \cdot \frac{t}{\Delta l} \quad (2-7)$$

ここで、 $Q$  はせん断力、 $A$  は接触面積、 $t$  は膜厚、 $\Delta l$  はせん断力による変形量である。しかしながら、破壊強度評価においては、試験対象の薄膜を把持することが困難であることと、薄膜の破壊強度が下地膜との密着強度よりも小さい必要があるため、破壊強度評価には不向きである。

### Cross section



### Top view

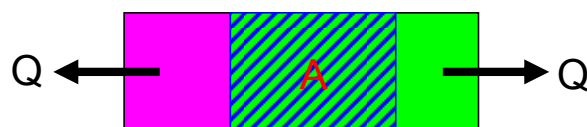


図 2-8: セン断試験

## 2.4 従来の疲労寿命評価技術の課題と対策

本節では、従来の梁形状を用いたシリコン材料の疲労試験方法の課題を述べ、その対策を試験片形状と荷重印加方法に対してそれぞれ述べる。

### 2.4.1 試験片形状

これまで述べたように、試験片の形状が梁であると、作製の際に必要なフォトリソグラフィとエッチングのプロセスにおいて、梁の側面に加工ダメージや大きな表面粗さが生じ、破壊強度や疲労寿命を低下させるだけでなく、ばらつきも増大させる。図 2-9 は、切り欠き梁の一端を固定し、他端に静電気力で基板面内方向に共振振動する扇型の錘を備えた試験デバイスであり[23]、現在最も広く用いられている試験方法である。本デバイスは、微細加工技術を用いて、微小なギャップの櫛歯を作製することにより、低電圧で大きな力を得られるだけでなく、ギャップ間の静電容量変化から、高精度に扇型の変位量を評価し、切り欠き梁のたわみ量を把握できる。また、非接触で測定することができるため、通常試験片の把持が困難な MEMS 材料の特性評価に適している。しかしながら、図 2-10 に示すように、切り欠き部分の応力集中点で破壊が起こるため、フォトリソグラフィとエッチングによる加工ばらつきとダメージが破壊強度に影響を与え、疲労寿命の評価結果は大きくばらつく[30][36]。Ikehara ら[22]は、通常の MEMS には用いられない  $0.6\ \mu\text{m}$  の高解像度のフォトリソグラフィとエッチング技術を用いて、切り欠き梁の側面の表面粗さを低減した試験片を作製し、この試験片で同様の静電気力による共振を用いた疲労試験を行うことで、疲労寿命ばらつきを 1 桁程度に抑制した(図 2-11)。

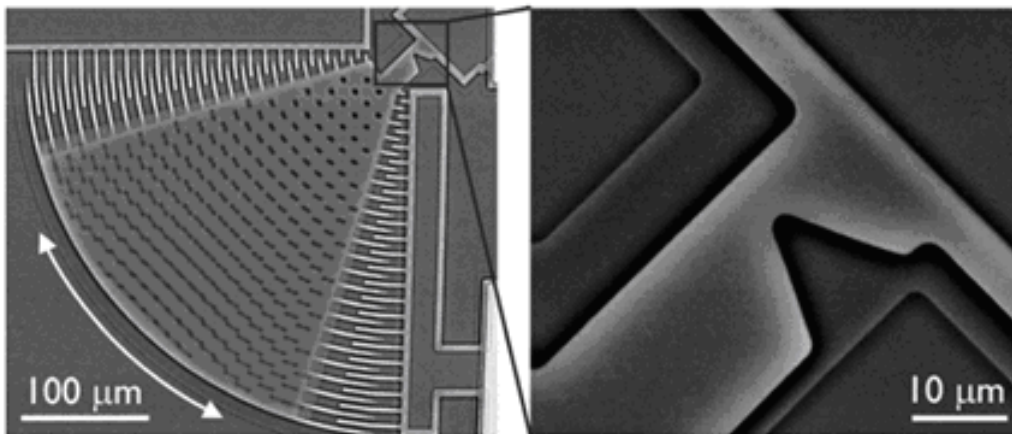


図 2-9 切り欠き梁の共振試験デバイス

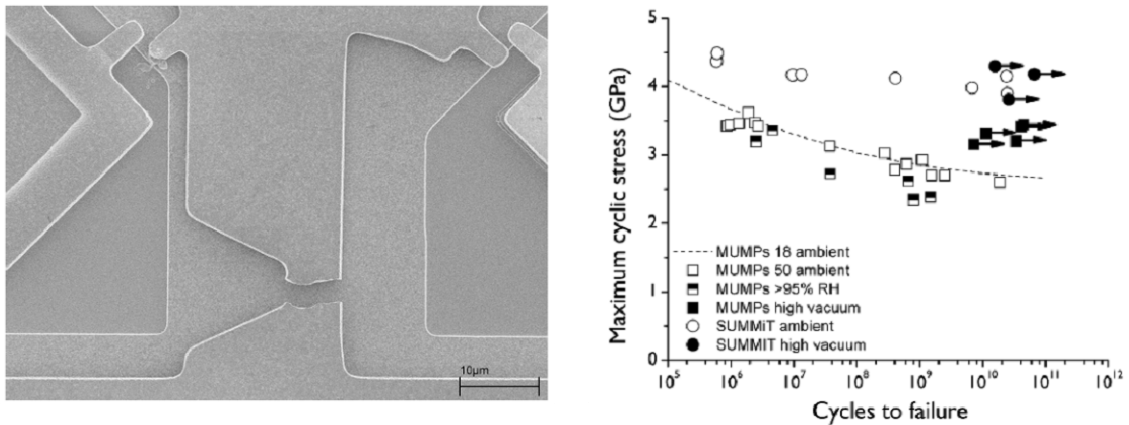


図 2-10 切り欠き梁を用いた疲労破壊後の試験片と疲労寿命評価結果

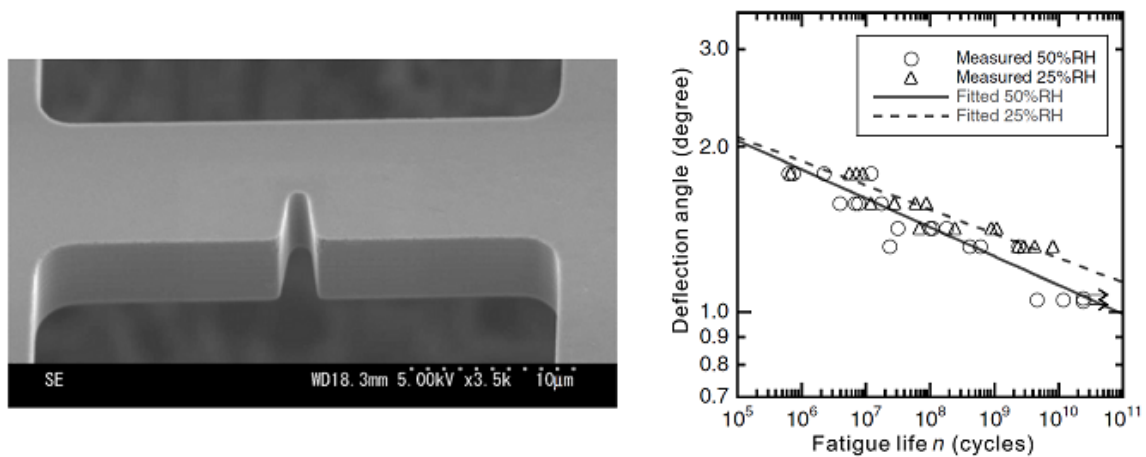


図 2-11 高解像度フォトリソグラフィ技術を用いた梁と疲労試験結果

しかし、このような高精度な微細加工技術は高価な設備が必要となり汎用性が低だけでなく、プロセス条件の変動が評価結果に与える影響は大きい。一方、バルジ試験で用いられるメンブレン構造は、パターニングされていない状態の薄膜に応力を印加することが可能であるため、成膜後に一切の加工の影響を与えることなく薄膜が持つ本質的な破壊強度や疲労寿命を評価可能である。しかしながら、バルジ試験では、圧力を外力として用いているため、メンブレンの上下面に印加される圧力差の繰返し周波数は、高く見積もっても 10 Hz であるため、例えば  $10^9$  回の繰返し応力を発生する疲労試験を行うためには 3 年もの期間が必要となり、現実的な時間では実施不可能であるという問題があった。

以上より、パターニングレスなメンブレン構造を試験片に採用すれば、エッチングによる加工面の影響を排除した疲労試験が可能であることがわかった。しかし、比較的短期間で所望の繰返し応力回数を得るためには、3 GPa 以上の初期破壊可能な応力を高い繰返し周波数で印加できる荷重方法の選定が必要である。

## 2.4.2 荷重印加方法

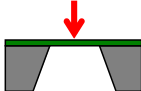
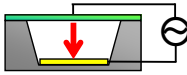
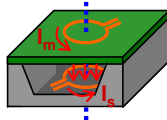
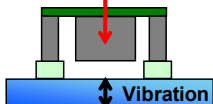
メンブレン構造を試験片形状として採用し、疲労試験を行う場合の荷重印加方法を決定するため、本研究における発生応力と試験周波数に加えて試験対象である多結晶シリコンの膜厚やメンブレンの寸法に対して求められる仕様を理由や制約条件と共に表 2-6 にまとめて示す。

表 2-6 疲労試験における仕様

仕様項目	仕様値	理由/制約条件
発生応力	>3 GPa	表 2-4 より初期破壊可能な応力
試験周波数	>2 kHz	高サイクル疲労試験である $10^9$ 回の繰返し応力を 6 日で完了
多結晶シリコンの膜厚	250 nm, 500 nm	ファブリペロー分光器[43]の多結晶シリコン構造体の膜厚相当
メンブレン寸法	<20 mm 角	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 5inch ステッパでのフォト可能領域</li> <li>・ 6inch ウェハ内に 36 チップを配置</li> </ul>

これらの仕様に全て満足する荷重方法を選定するため、表 2-7 に外力として圧力、静電気力、電磁気力、強制振動を用いて、メンブレンを変形させた場合の発生応力と駆動周波数を比較した結果を示す。メンブレン構造を用いた場合、ウェハ面外方向に力を与えることでメンブレン端部に曲げ応力を発生させる必要がある。実現可能な最大発生応力については詳細を個別に後述する。試験周波数は、圧力を除く 3 種類の外力は高速で振動して印加可能であるので、2 kHz 以上に設計された試験片の共振振動数と一致させることで、短期間で高サイクルの疲労試験の実施できるだけでなく、共振の  $Q$  値による振幅増大効果を得ることができる。

表 2-7 メンブレンを対象とした面外試験方法の比較

駆動力	圧力(バルジ)	静電気力	電磁気力	強制振動
イメージ				
発生応力 (>3 GPa)	○: >10 GPa (P=0.2 MPa)	×: < 数十 MPa (V=10kV)	×: < 数 kPa (I=1A)	○: >3 GPa (Q=100, 加速度=417 m/s <sup>2</sup> )
駆動周波数 (>2 kHz)	×: <10 Hz	○: >2 kHz	○: >2 kHz	○: >2 kHz
メンブレンの共振	×(追従困難)	○	○	○(静的変位不可)
駆動力に 関する参考文献	[17][45][46] [69]~[79]	[82]~[89]	[90]	[91]

## (A)圧力(バルジ)

円形のメンブレンに圧力を加えた場合の、メンブレン中心部の最大変位は式(2-8)から、端部での最大発生応力は式(2-9)で計算できる[92]。

$$\frac{\delta}{t} + 0.471 \left( \frac{\delta}{t} \right)^3 = 0.171 \frac{p}{E} \left( \frac{r}{t} \right)^4 \quad (2-8)$$

$$\sigma = 0.476E \left( \frac{\delta}{r} \right)^2 + 4.40E \frac{t\delta}{r^2} \quad (2-9)$$

ここで、 $\delta$ は中心部のたわみ量、 $t$ はメンブレンの厚さ、 $p$ は印加圧力、 $E$ はヤング率、 $r$ はメンブレンの半径である。メンブレン端部での最大発生応力と中心部の最大変位の圧力依存性を、それぞれ計算した結果を図 2-12 に示す。ヤング率は文献値である 160 GP とした。破壊強度である 3 GPa の応力は、メンブレンの半径が大きいほど、低い圧力で達成可能である。 $r=10$  mm の場合、0.2 MPa 以上の圧力で発生可能であり、これは通常のクリーンルームのライン N<sub>2</sub> の圧力(0.7 MPa)やコンプレッサーで圧縮した空気圧で十分に実現可能である。3 GPa の応力発生に必要な変位量のメンブレン半径依存性を図 2-13 に示す。変位量とメンブレン半径は、おおよそ比例関係にあり、メンブレン半径：中心部たわみ量 = 4 : 1 で静的破壊が起こる応力(3 GPa)を発生可能であることがわかる。

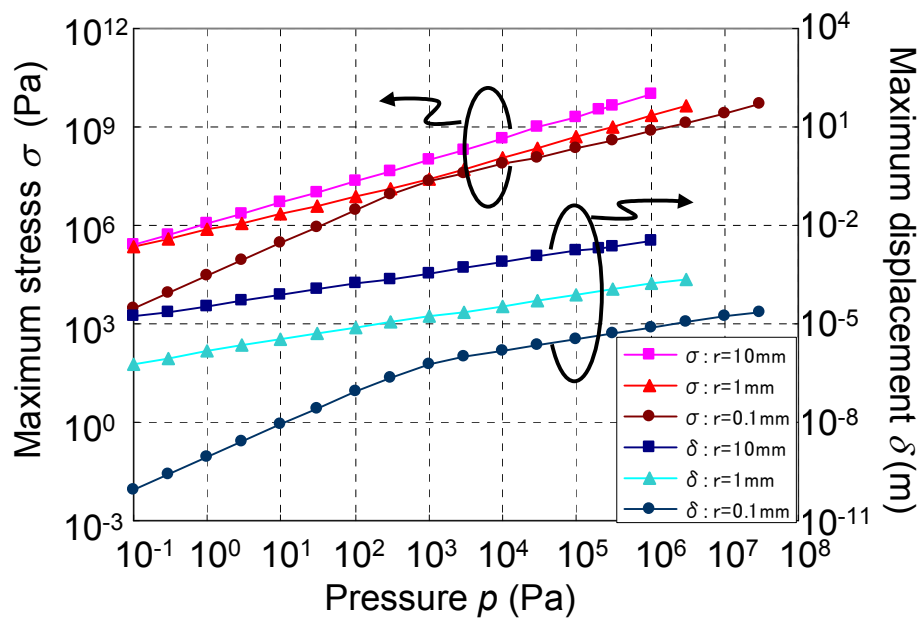


図 2-12 バルジ試験における最大発生応力と中心部変位の圧力依存性

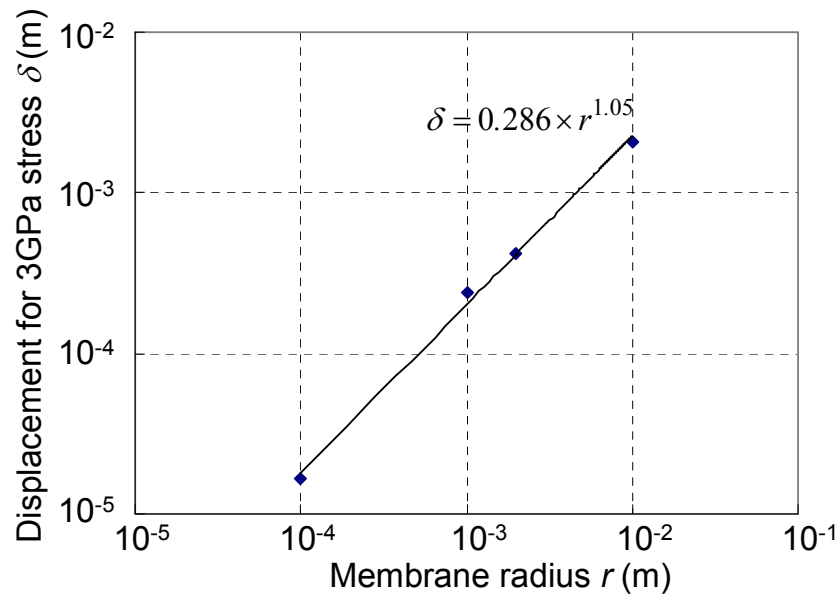


図 2-13 3GPa の応力を発生させるのに必要な変位のメンブレン半径依存性

## (B)静電気力

静電気力を用いた場合、単位面積あたりに印加される静電気力は、式(2-10)で示される。

$$p = \frac{\epsilon_0}{2(d-\delta)^2} V^2 \quad (2-10)$$

ここで、 $\epsilon_0$ は真空の誘電率 ( $8.85 \times 10^{-12}$  F/m)、 $d$ は初期の基板上の電極とメンブレン間の距離、 $V$ は印加電圧である。静電気力は、基板とメンブレンの距離  $d-\delta$  に依存し、近接するほど急激に増大する。 $\delta$  が  $d/3$  を超えると、発生する静電気力が、ばね定数に依存する復元力を上回り、電極とメンブレンが貼り付いてしまうため、 $\delta$  は  $d/3$  を超えることはできない(プルイン現象)。従って、 $d$  は図 2-13 で表される静的破壊が起こるたわみ量の3倍として計算し、プルインが起こるまでに静的破壊が起こるようにした。式(2-10)を式(2-8)に代入し、メンブレン端部での最大発生応力と中心部たわみの電圧依存性を式(2-8)、(2-9)で計算した結果を図 2-14 に示す。ここでは、基板とメンブレン中心部の距離  $d-\delta$  をメンブレン全面に渡って仮定し、静電気力を過大に見積もったが、いずれのメンブレン半径において、1 kV の電圧を静的に印加した場合でも、最大発生応力は数 MPa 程度しか得られなかった。

直流電圧に代えて、試験片の共振振動数と一致する周波数の交流電圧を印加することで、メンブレンを共振させると、高い試験周波数で疲労試験を行うことができるだけでなく、通常数百～数千の  $Q$  値で表される共振による振幅増幅作用で静的に電圧を印加した場合より大きな変位を得ることができる。しかしながら、静電気力を用いた場合では、共振の  $Q$  値による振幅増大効果を見込んでも 3 GPa に到達することは困難である。

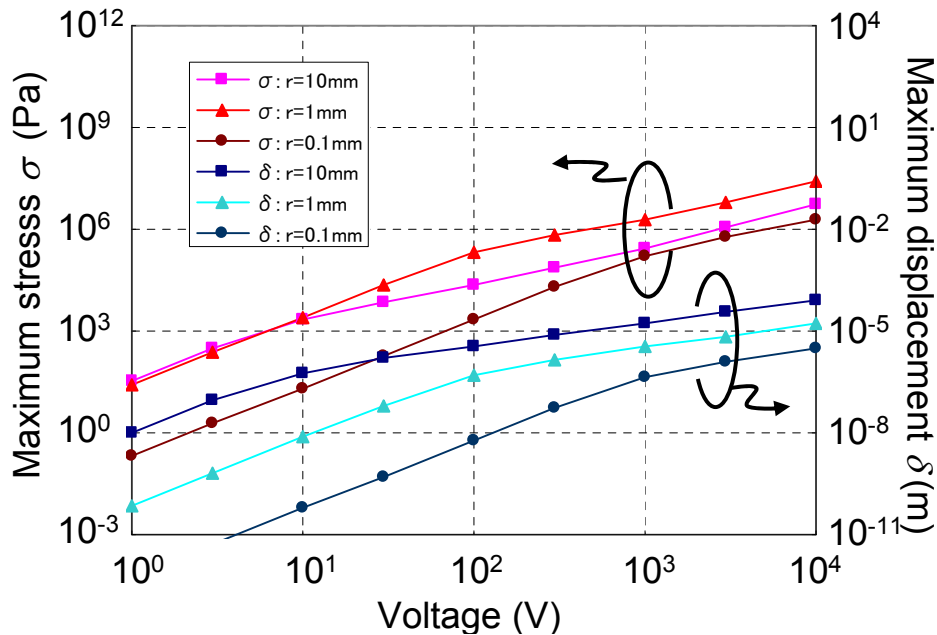


図 2-14 静電気力を用いた場合の最大発生応力と中心部変位の電圧依存性

## (C)電磁気力

電磁気力を用いた場合は、表 2-7 のようにメンブレン外周と基板に円環状の配線を配置し、直流電流を流すと、両者の間に次の式で表すように電磁気力  $F$  が発生し、メンブレンが基板に引きつけられる。

$$F = I_s BL \quad (2-11)$$

ここで、 $I_s$  は基板上の円環配線に流れる電流であり、 $B$  はメンブレン外周上の円環配線の電流が発生させる磁界であり、 $L$  は基板上の円環配線の長さである。基板上の円環配線の半径を  $r_s$  とすると  $L=2\pi r_s$  である。メンブレン上の配線が発生する磁界  $B$  は次のように表される。

$$B = \frac{\mu_0 I_m}{2r_m} \quad (2-12)$$

ここで、 $\mu_0$  は真空の透磁率( $4\pi \times 10^{-7}$  H/m)であり、 $I_m$  はメンブレン外周を流れる電流、 $r_m$  は円環配線の半径である。式(2-12)を式(2-11)に代入し、メンブレンの面積から単位面積あたりの電磁気力は次のように与えられる。

$$p = \frac{F}{S} = \frac{\mu_0 I_s I_m r_s}{r_m^3} \quad (2-13)$$

電磁気力による最大変位と最大発生応力のメンブレンサイズ依存性を計算した結果を合わせて、図 2-15 に示す。電流値はエレクトロマイグレーションの限界から 1A とし、 $r_s=r_m$  として計算を簡単化した。電磁気力を用いた場合では、メンブレンに流れる電流が発生する磁界が全て基板上の円環配線の中を通過するとして計算を行い、電磁気力を過剰に見積もったが、数 MPa 程度の応力しか得ることができない。静電気力の場合と同様に、直流電流に代えて、交流電流による共振を用いた振幅増大効果を見込んでも、メンブレン端部に 3GPa の応力を発生させることは不可能である。

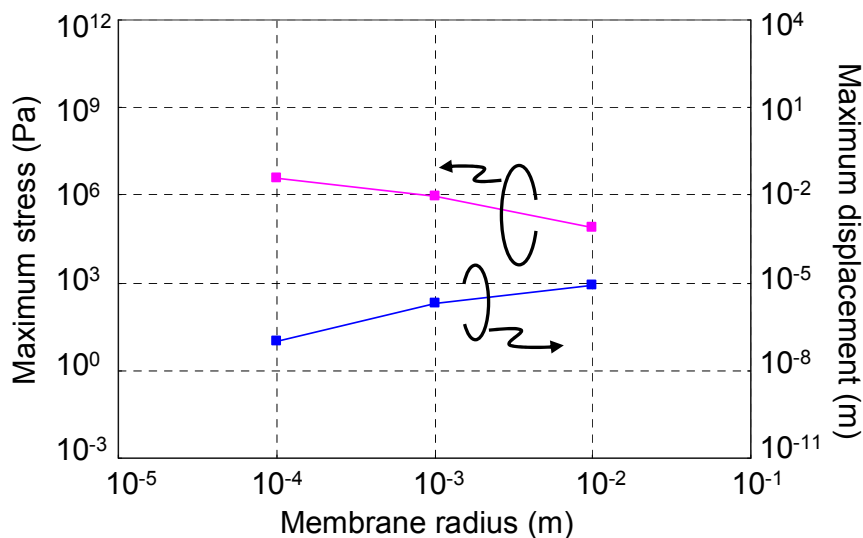


図 2-15 電磁気力を用いた場合の最大発生応力と中心部変位のメンブレン半径依存性



また、メンブレン上の配線の代わりに大きな磁束密度を持つネオジウム磁石を配置することで、電磁気力を発生させることも可能である。図 2-16 にメンブレン半径と同じ半径と厚さをもつネオジウム磁石をメンブレン上に配置した時の最大変位と最大発生応力のメンブレンサイズ依存性を示す。この場合でも数十 MPa 程度の応力しか得られず、試験作製時のプロセスの制約が多くなることが懸念される。

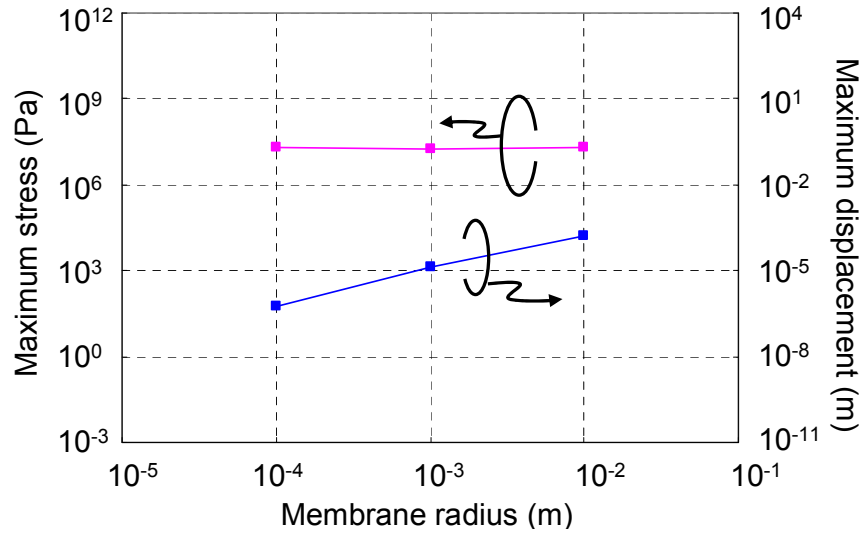


図 2-16 磁石をメンブレンに配置した場合の最大発生応力と  
中心部変位のメンブレン半径依存性

#### (D)強制振動

強制振動は、メンブレンの外周部を振動試験器や積層 PZT アクチュエータなどの振動体に固定し、メンブレン構造体の共振振動数で加振することで、慣性力によってメンブレンを変形させ、応力を印加する。他の手法と異なり振動を用いるため、静的にメンブレンを変位させることはできず、試験片の共振振動数と振動体の駆動周波数の比に応じた変位が発生する。発生変位を見積もるため、図 2-17 のように、振動体の上に固定されたばね - 質量モデルを考える。質量はメンブレンに配置した錘であり、ばねはメンブレンである。静的な釣り合い状態にある質量  $m$  の重心を原点にとり、図のように  $x$  軸をとる。振動体の上下方向の強制変位を  $u$ 、これにより生じる  $m$  の変位を  $x$  とする。この時、振動体に対する質量  $m$  の相対変位は  $x-u$  となり、粘性係数を  $c$ 、ばね定数を  $k$  とすると、質量  $m$  の運動方程式は次のように与えられる[93]。

$$m\ddot{x} = -c(\dot{x} - \dot{u}) - k(x - u) \Leftrightarrow m\ddot{x} + c(\dot{x} - \dot{u}) + k(x - u) = 0 \quad (2-14)$$

ここで、

$$x_r = x - u \quad (2-15)$$

とのおくと、慣性座標系で表された  $x_r$  の運動方程式が得られる。

$$m \ddot{x}_r + c \dot{x}_r + kx_r = -m \ddot{u} \quad (2-16)$$

今、振動体の変位  $u$  を下記のように与える。

$$u = a \sin \omega t \quad (2-17)$$

式(2-17)を式(2-16)に代入すると、次式の一般的な二階の微分方程式に帰着する。

$$\begin{aligned} m \ddot{x}_r + c \dot{x}_r + kx_r &= -m a \omega^2 \sin \omega t \\ \Leftrightarrow \ddot{x}_r + 2\gamma \dot{x}_r + \omega_0^2 x_r &= -a \omega^2 \sin \omega t \end{aligned} \quad (2-18)$$

ここで、 $\gamma = c/2m$ ,  $\omega_0 = (k/m)^{1/2}$  である。この微分方程式の解は、

$$x_r = A \sin(\omega t - \beta) \quad (2-19)$$

$$A = \frac{a \omega^2 / \omega_0^2}{\sqrt{(1 - \omega^2 / \omega_0^2)^2 + (2\xi \omega / \omega_0)^2}} \quad (2-20)$$

$$\beta = \tan^{-1} \left( \frac{2\gamma \omega}{\omega_0^2 - \omega^2} \right) = \tan^{-1} \left( \frac{2\xi \omega / \omega_0}{1 - (\omega / \omega_0)^2} \right) \quad (2-21)$$

である。ここで、 $\xi = \gamma / \omega_0$  である。共振点における振幅の増幅率で定義される  $Q$  値は次式で表される。

$$Q = \frac{\sqrt{mk}}{c} = \frac{\omega_0}{2\gamma} = \frac{1}{2\xi} \quad (2-22)$$

$Q$  値をパラメータとして、振幅増幅率(=A/a)、位相差  $\phi$  と  $\omega/\omega_0$  の関係を図 2-18 に示す。 $\omega/\omega_0$  が十分小さい振動数では、 $\beta=0$  であるので、振動体と質量  $m$  が同位相で振動する。 $\omega/\omega_0$  が大きくなるにつれて、振幅増幅率と位相差は増大する。 $\omega/\omega_0=1$  において、 $A=Qa$  となり、最大の振幅増幅率である  $Q$  値倍に増幅できる。その時の位相差は  $90^\circ$  であり、振動体と質量  $m$  が逆位相で振動している。

静的破壊に必要な振動体（支持部変位）と質量部（錘部）の相対変位は図 2-13 より既知である。積層 PZT アクチュエータは駆動時の自己発熱により、大きな加速度を得ることはできないが、本研究で用いる振動試験器(EMIC 9514-AB/AW)では、最大  $416.7 \text{ m/s}^2$  の加速度を発生させることが可能である。加速度が一定の場合の振幅の周波数依存性を図 2-19 に示す。2 kHz では、 $Q=100$  で  $264 \text{ }\mu\text{m}$  の変位振幅を得ることができ、図 2-13 より  $r < 1.29 \text{ mm}$  で 3 GPa の応力を発生させることが可能である。以上より、試験片の共振振動数を 2 kHz 付近に設計し、 $Q > 100$  とすることができれば、メンブレンを面外方向に強制振動させる方法で疲労試験が可能であることが示された。

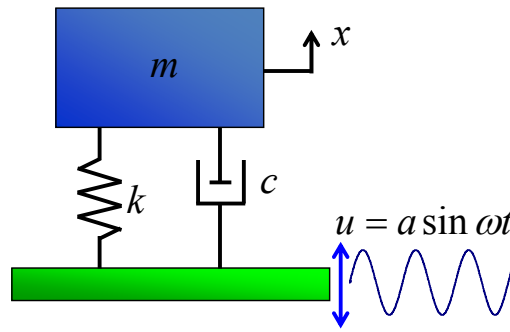


図 2-17 強制振動のモデル図

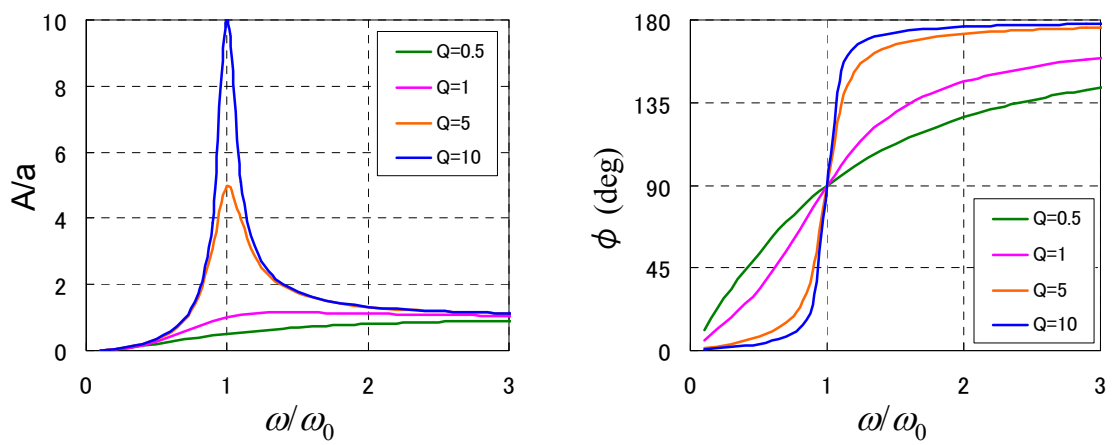


図 2-18 強制振動における振幅増幅率と位相差

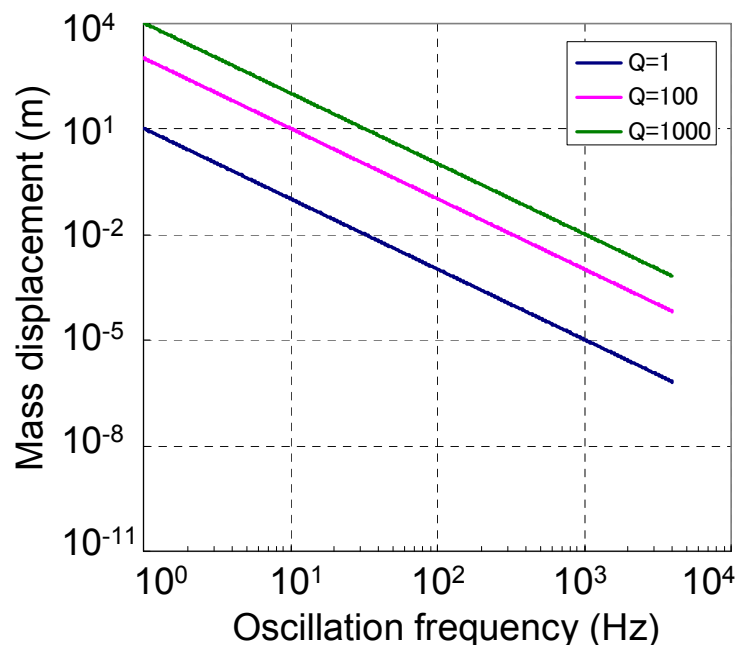


図 2-19 質量部変位の振動数依存性

以上より、パターニングが不要のメンブレン構造で疲労試験を行うためには、圧力では試験周波数が低く、静電気力や電磁気力では共振を用いても、試験に必要な応力を得られないことが分かった。錘などの質量を持つメンブレンを外部振動体によって強制振動させ、質量部を面外方向に共振させる手法である「メンブレンの面外共振振動試験法」のみが、メンブレン構造に対する疲労試験が可能であり、パターニングレスによるばらつき抑制が期待できることが示された。

## 2.5 まとめ

本章では、試験対象である多結晶シリコンの機械的物性値のうち、すでに明らかになっているヤング率・内部応力、破壊強度について文献で調査した結果を述べた。その結果、今回の評価対象であるサブマイクロメートルの膜厚を持つ多結晶シリコンの初期破壊には、3 GPa 以上の応力を印加する必要があることがわかった。次に、微小材料の破壊強度及び疲労寿命などの機械的物性評価技術の現状を把握することを目的として、これまでに提案・実施されてきた、薄膜材料を対象とする機械的物性値の評価手法とその結果について述べた。従来の梁構造を試験片とした評価手法では、フォトリソグラフィとエッチングによる側面の加工ダメージとサブミクロンオーダーの表面粗さが、破壊強度と疲労寿命評価結果のばらつきを増大させているため、パターニングを必要としないメンブレン構造を採用した。このメンブレン構造での疲労試験を行うための外力として、圧力、静電気力、電磁気力、強制振動による慣性力を数値計算により検討した。その結果、3 GPa の発生応力と短期間で高サイクルの疲労試験を完了するための 2 kHz 以上の試験周波数を両立できる見込みがある、外部からの強制振動による面外共振を用いた「メンブレンの面外共振振動試験法」が最適であることが定量的に示された。

### 第3章 多結晶シリコン薄膜メンブレンの面外共振振動試験

本論文で提案する「メンブレンの面外共振振動試験法」は、フォトリソグラフィやエッチングによるパターンニング時の側面の加工ダメージや表面粗さの影響を排除し、破壊強度や疲労寿命のばらつきを抑制することが期待できる試験方法である。本方法は、中心部に錘を持つ厚さ  $1\text{ }\mu\text{m}$  程度の積層メンブレン構造の試験片を面外方向に振動させることで、錘が共振振動することを特徴する。本章では、「メンブレンの面外共振振動試験法」の原理と試験片設計について述べた後、疲労試験を行うための振動試験器や変位計から構成される試験装置及び評価系を新規に開発する。

#### 3.1 原理と特長

図 3-1 は面外共振振動試験で用いる試験片の概略図である。試験片は、試験対象である多結晶シリコンを含むメンブレン、慣性力を増大させ共振振動数を下げる役割のシリコン基板から作製した錘とメンブレンを支持する支持枠から構成される。これらの構造は、マイクロマシニングプロセス技術により一体で形成することができる。共振時には支持枠と錘が逆位相で変位し、この相対変位によりメンブレンが変形する。支持枠と錘の相対変位の増大に伴って、メンブレンに発生する応力が大きくなるため、両者の変位を測定すれば、メンブレンの応力分布を算出できる。本手法では支持枠を正方形、錘を円形とすることで、図 3-1 の赤丸印の位置に最大応力が印加されるようにし、破壊起点の特定を容易にした。メンブレンに発生する応力の詳細は 3.2 の試験片設計時の FEM 解析結果で述べる。

試験片のメンブレンは多結晶シリコン(poly-Si)、酸化シリコン( $\text{SiO}_2$ )、窒化シリコン( $\text{Si}_x\text{N}_y$ )から構成される多層膜である。この構造は錘の上下方向の振動によって、メンブレンが面外方向に曲げ振動した際に、メンブレン両面に同程度のひずみが印加されても、多結晶シリコン膜における最大応力が発生する点で確実に破壊させるのと同時に、4.1 の試験片の作製で述べる基板裏面からのシリコン基板除去時のエッチングの影響によるエッジ効果（エッチングでの形状の複雑化）による応力集中係数のばらつきの影響を受けるメンブレン下面での破壊を防止し、多結晶シリコンの表面から破壊することを目的としている。LP-CVD で成膜された最下層の  $\text{Si}_x\text{N}_y$  膜は多結晶シリコンの約 4 倍の強度( $\approx 14\text{ GPa}$ )をもち[94]、疲労強度においても  $6\text{ GPa}$  以下の印加応力に対しては  $10^9$  回以上の疲労寿命を持つ[95]。そのため、本構造では上面の多結晶シリコンが必ず破壊起点となる。この  $\text{Si}_x\text{N}_y$  膜は同時に、Si エッチング時にシリコンに対して 100 倍以上の高いエッチング選択比を持つため、錘と支持枠を持つ多層膜メンブレンを Si 基板エッチングで形成するためのエッチングストップ層としての役割もある。エッチングストップ層をシリコン基板エッチング後に、ウェットエッチングで除去し、多結晶シリコン単膜のメンブレンを作製することも可能だが、先に述べたエッジ効果がメンブレン端部で生じるため、多結晶シリコン膜に印加される応力を正確

に評価できないため多層膜の状態では評価する必要がある。

メンブレン部の剛性に着目すると、多結晶シリコンと  $\text{Si}_x\text{N}_y$  膜は引張の内部応力を持つため見かけの剛性が高い。共振振動数を 2 kHz 以上で、振動試験器の最大発生振動数である 3 kHz 以下となるように設計するために、多結晶シリコンと  $\text{Si}_x\text{N}_y$  の間に圧縮応力である  $\text{SiO}_2$  膜を挿入した。これにより、積層メンブレンの破壊起点に影響を与えることなく、共振振動数を低減することができる。今回の試験対象は多結晶シリコン薄膜としたが、本手法は  $\text{Si}_x\text{N}_y$  より強度の低い膜であれば、任意の材料に対して適用可能な汎用性の高い評価手法である。

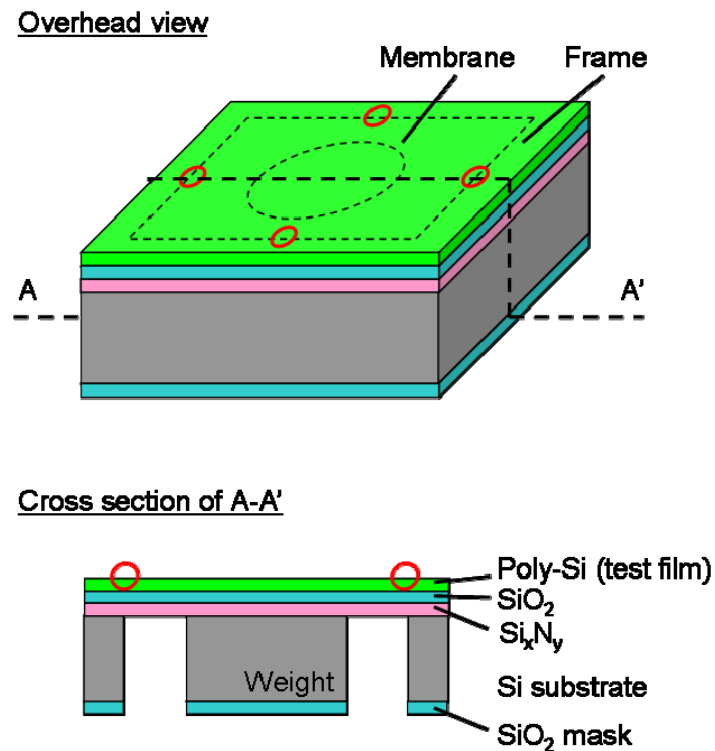


図 3-1 試験片の概略図

## 3.2 試験片設計

### 3.2.1 設計指針

試験片の構造は、メンブレン部がばね、錘が質量部であるばね-質量系とみなすことができることは先に述べた。その固有振動数  $f_0$  は、ばね定数  $k$  と質量  $m$  を用いて式(3-1)で表される。

$$f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (3-1)$$

ばね定数  $k$  はメンブレンの寸法と内部応力に、質量  $m$  は錘の寸法と材料の密度に依存する。さらに、錘の寸法を調整することで質量  $m$  を、メンブレン幅でばね定数  $k$  を調整し、固有振動数  $f_0$  を最適化する。ばね-質量系においては、共振部の変位量  $x$  は、式(2-19)～式(2-21)のように表すことができる。メンブレンの面外振動において支配的なダンピングは、スクイーズフィルムダンピングであり、錘底面と振動試験器の試料設置面との距離をパラメータとし、必要な  $Q$  値を実現する。

### 3.2.2 固有振動数設計

試験片の固有振動数を 2 kHz 以上かつ 3 kHz 以下となるように試験片の寸法を決定する。多結晶シリコンの破壊強度は一般に 3 GPa 程度であるので、本試験片構造におけるメンブレン厚さ( $\approx 1 \mu\text{m}$ )に対して、破壊時に必要な錘変位(>数百  $\mu\text{m}$ )は十分に大きい。そのため、変形時のひずみにより、ばね定数  $k$  が上昇し、共振振動数が増大する大変形効果[96]を考慮して設計する必要がある。従って、次の手順で試験片の錘と支持枠の寸法を決定した。

- (1) 変形前の面外共振モードの共振振動数が最小となる錘直径を決定する。
- (2) 錘が変位した際の最大発生応力と変位量の関係を求め、静的破壊時に必要な変位を算出する。
- (3) 破壊時の変位における共振振動数を、大変形効果を考慮して解析し、2 kHz から 3 kHz の範囲にあることを確認する。

試験片作製時のハンドリングの容易性から支持枠の外寸を 20 mm、内寸を 16 mm とした(図 3-2)。基本構造として poly-Si の厚さが 250 nm、膜応力が 100 MPa (引張)、SiO<sub>2</sub> の厚さが 300 nm、膜応力が -200 MPa (圧縮)、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> の厚さが 600 nm、膜応力が 100 MPa (引張)の膜構成における面外方向モードの共振振動数の錘直径依存性を、FEM 解析ソフトウェア ANSYS で解析した(詳細なインプットコードは章末を参照)。結果を図 3-3 に示す。SiO<sub>2</sub> をメンブレンに挿入することで、積層メンブレンの平均膜応力を低下させ、共振振動数を 1/2 程度に低減した。錘の直径が増大すると、錘の体積増大により質量  $m$  が増加するが、メンブレンのみが存在する錘と支持枠の間隔(メンブレン幅)が減少し、ばね定数  $k$  が増加してしまう。これらの相互効果により、錘直径には最適値があり、共振振動数が最小値となる 12 mm を錘直径として採用した。この時、最小のメンブレン幅は 2 mm であった。



次に、錘の変位によるメンブレン上の変位分布とミーゼス応力分布を ANSYS で解析した。本手法では非常に薄い多結晶シリコン薄膜に多軸応力が印加されるため、破壊強度の指標としてミーゼス応力を用いた。図 3-4 に変位とミーゼス応力の分布及び最大発生応力の変位依存性を示す。実際の試験においては、錘の共振振動によってメンブレンの変形形状が決定されるが、解析負荷を軽減するため、錘が静的に変位させたモデルで発生するミーゼス応力を強度評価に用いることとした。ミーゼス応力はメンブレン幅が最小のフレーム端面上、つまりフレーム中点のメンブレン端で最大となり、一般的な多結晶シリコンの破壊応力である 3 GPa に必要な錘変位は約 340  $\mu\text{m}$  であった。

続いて、大変形効果を考慮する。錘表面に振動による慣性力を模擬した力（圧力）を加えて変位させ、メンブレンを変形させた際の、力と変位の関係を ANSYS で解析した結果を図 3-5 に示す。ばね定数  $k$  は図 3-5 の圧力に対する変位の勾配に相当し、破壊時の 340  $\mu\text{m}$  の変位時には変形前の約 40 倍に増大する。従って、式(3-1)より、共振振動数は初期状態(図 3-3)の 380Hz から約 6.3 倍の約 2.4 kHz となり、2 kHz から 3 kHz の間に共振振動数を設計できた。

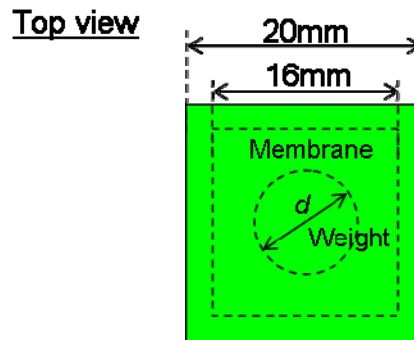


図 3-2 試験片平面図の寸法

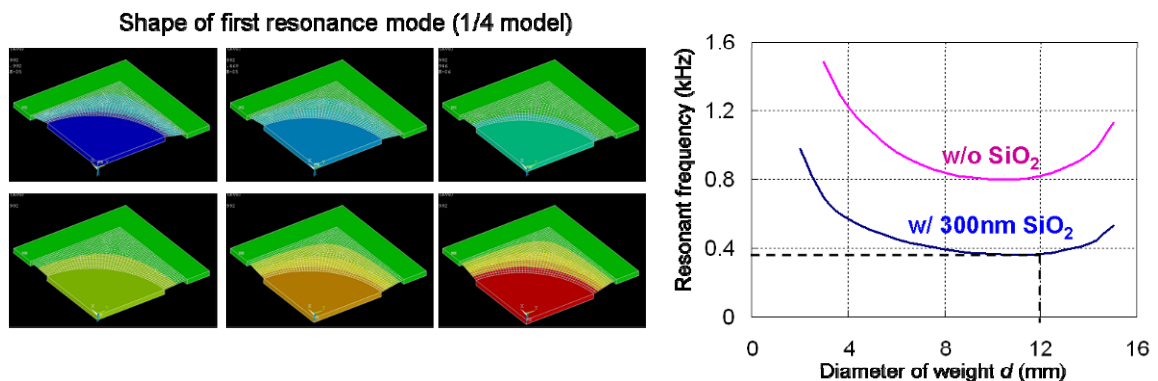


図 3-3 一次の共振モードの変形状態と共振振動数の錘半径依存性

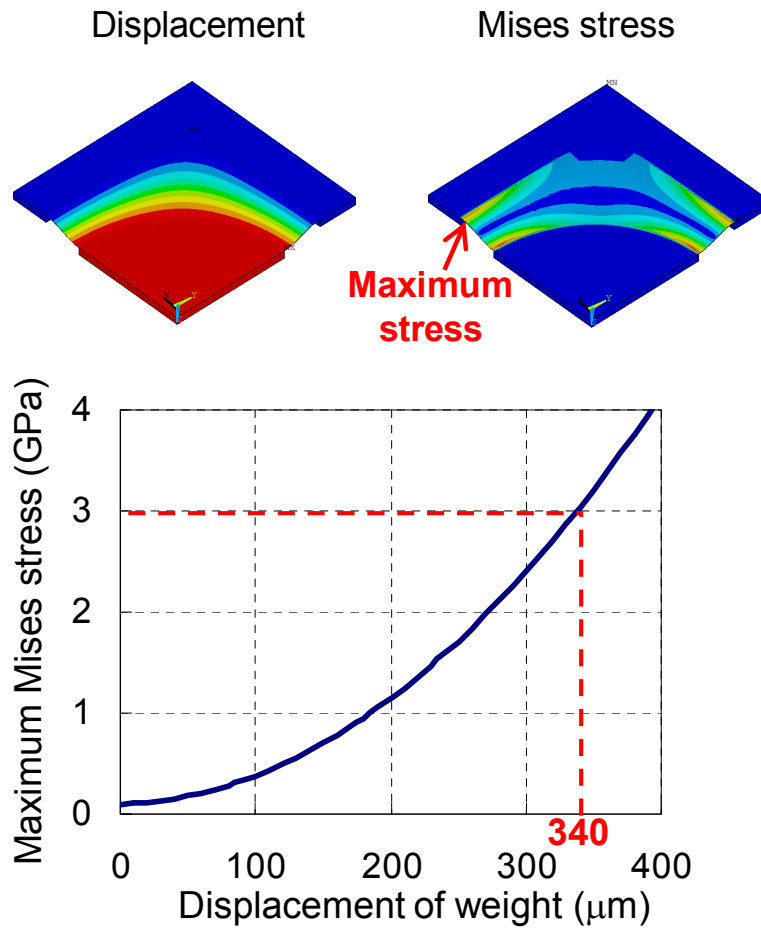


図 3-4 振動時の変位分布と応力分布及び最大発生ミーゼス応力の変位依存性

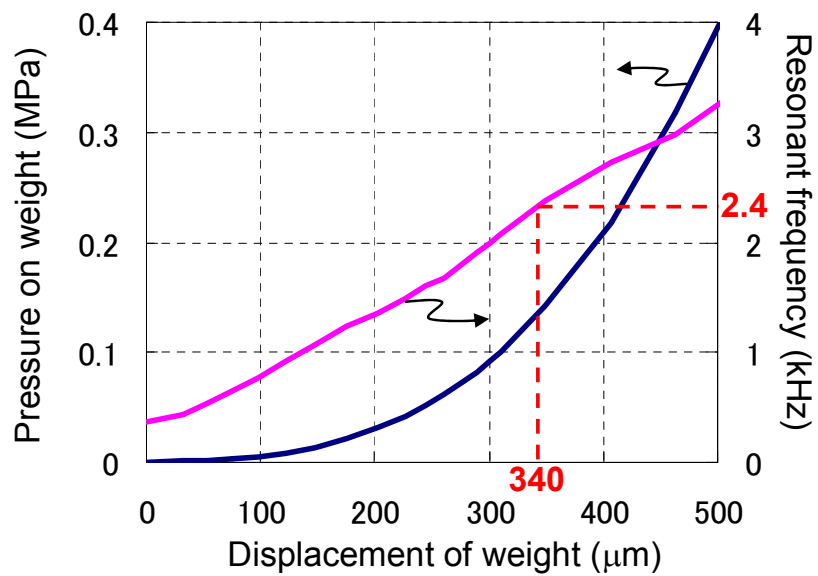
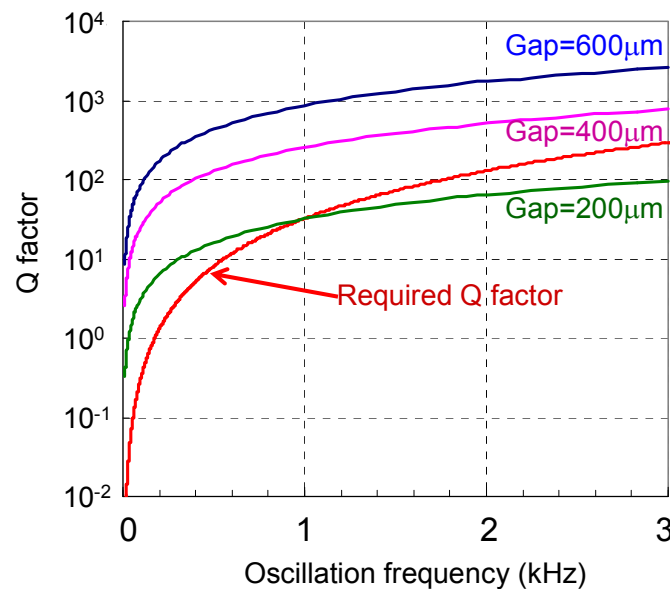


図 3-5 大変形効果による共振振動数の増大

3.2.3 共振  $Q$  値設計

振動試験器の最大発生加速度( $416.7 \text{ m/s}^2$ )未満で、メンブレンの多結晶シリコン膜が  $3 \text{ GPa}$  印加応力により、静的破壊する時の錘変位である  $340 \text{ }\mu\text{m}$  を発生させるためには、 $Q$  値が  $2.4 \text{ kHz}$  において  $Q > 185$  が必要である。 $Q$  値はスクイーズフィルムダンピングに依存し、2枚の向かい合う面の間隔と面積に依存した粘性係数  $c$  から算出される。錘（直径  $12 \text{ mm}$ ）と振動試験器の試料設置面との距離(Gap)をパラメータとした時の粘性係数の周波数依存性を MEMS 用解析ソフトウェア Coventorware の DampingMM で解析し、 $Q$  値に換算した結果を図 3-6 に示す。図 3-6 には併せて、振動試験器を最大加速度で動作させた際に必要な  $Q$  値の周波数依存性も示す。図 6 から錘底面と加振器の可動面の間隔を  $400 \text{ }\mu\text{m}$  以上とすることで、 $3 \text{ kHz}$  以下の全振動数において、静的破壊に必要な  $Q$  値を実現可能であることが示された。

図 3-6  $Q$  値のギャップ依存性と静的破壊に必要な  $Q$  値の比較

### 3.3 試験装置と評価系

振動試験器の振動面上に固定した試験片に対して疲労試験を行う試験装置及び変位評価系の詳細と写真をそれぞれ図 3-7 と図 3-8 示す。試験片は振動試験器の振動面に固定され、面外方向へ加振される。加振による錘と支持棒間の数百  $\mu\text{m}$  の相対変位により、厚さ 1  $\mu\text{m}$  程度の積層メンブレンの多結晶シリコン薄膜表面に数 GPa の応力が印加される。加振時に多結晶シリコン薄膜に与えられる応力は、試験片の支持棒と錘の相対変位から FEM 解析で算出する。支持棒の変位は振動面のそれに等しいため、正弦波振動を仮定して、振動試験器内蔵の加速度計の振幅と加振振動数から求める。換算誤差の最大値は変位の 5% であり、数  $\mu\text{m}$  で振動する振動試験器では数百 nm の誤差となるが、これは数百  $\mu\text{m}$  で振動する錘の変位に対して十分小さく、相対変位に影響を与えない。一方、錘の変位はレーザ変位計 (LK-H057 Keyence) で計測する。LK-H057 は 50 kHz のサンプリングレートで分解能 < 1  $\mu\text{m}$  の精度で計測できるため、2 kHz~3 kHz で振動する錘の変位を十分にモニタリング可能である。メンブレンが破断すると、レーザ変位計への錘面からの反射がなくなるため、変位出力が 0 となることから破壊を検知可能である。これらの値から支持棒と錘の相対変位を算出し、FEM 解析で求めた相対変位と応力の関係式からメンブレンへの印加応力を評価する。

相対変位の時間変化や破壊時の相対変位と繰返し応力回数は、レーザ変位計と加速度計の出力を高速アナログ計測ユニット (HA-08 Keyence) を介してデータロガー (HA-08 NR-600 Keyence) により収録した。試験中の試験片の周囲環境 (温度と湿度) は、試験片・レーザ変位計・振動試験器を恒温恒湿槽 (PSL-2S ESPEC) 内に設置することで、温度を -70  $^{\circ}\text{C}$ ~150  $^{\circ}\text{C}$ 、湿度は 5%RH~95%RH の範囲で制御可能とした。

図 3-7 には図示しなかったが、メンブレンの破断によるイオン注入で作製した配線抵抗の無限大化を検出し、振動試験器を自動停止する破壊検知回路を図 3-9 に示す。振動試験器には、隣接する恒温恒湿槽のチャンバーエラーを検知して振動試験を自動停止するための端子があり、正常時は閉状態で、チャンバーエラーが生じた際にオープンとなる。この端子を利用して、試験片のメンブレンに作製した配線抵抗の抵抗値が破断によって無限大となる変化が検出されると、端子がオープンとなるようリレー回路を作製した。これにより、メンブレン破断後に振動試験器は自動停止し、それまでの錘の振動回数を加速度計で測定し疲労寿命とした。

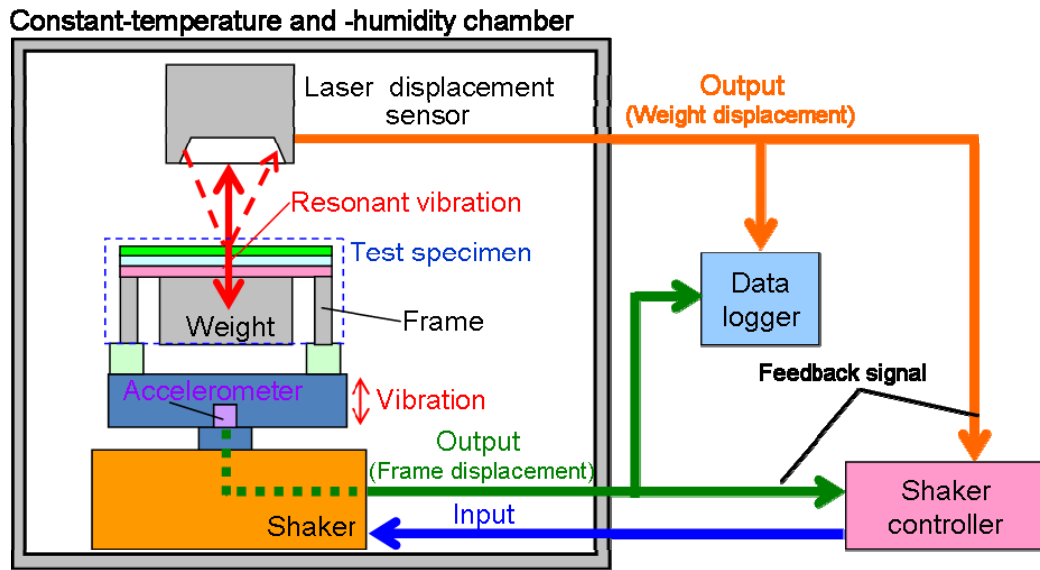


図 3-7 試験装置及び評価系の詳細

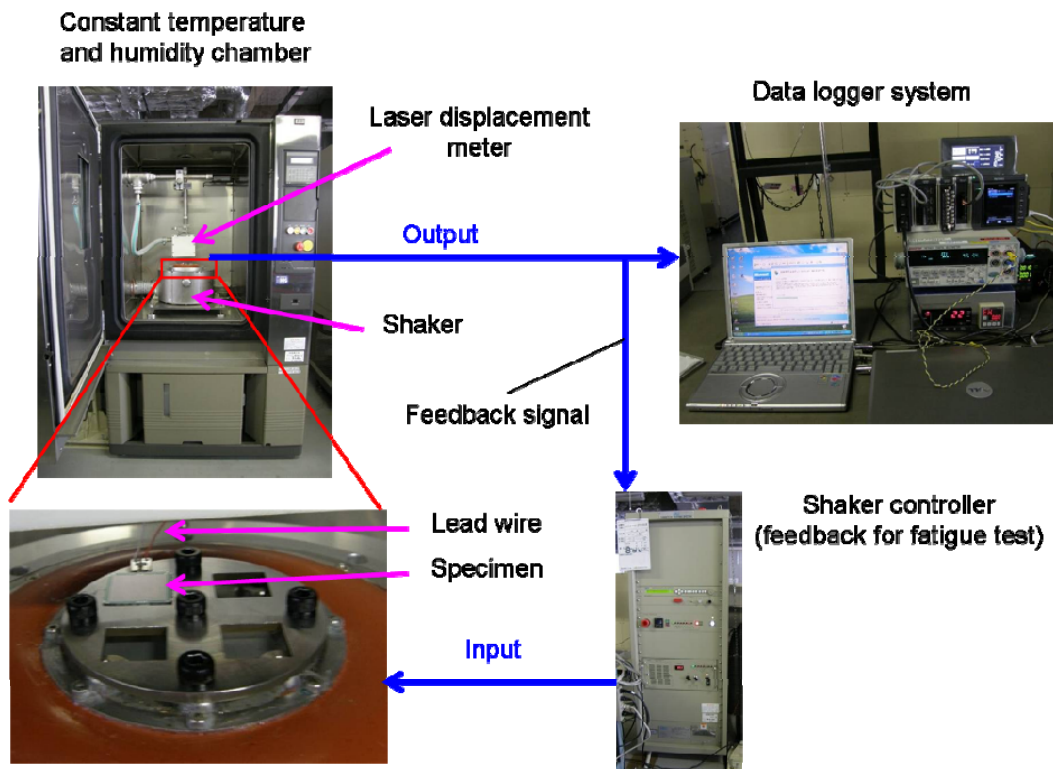


図 3-8 試験装置及び評価系の写真



### 3.4 まとめ

本章で提案した「メンブレンの面外共振振動試験法」は、フォトリソグラフィやエッチングによるパターニング時の側面の加工ダメージや表面粗さの影響を排除した試験片を振動試験器で強制振動させる手法である。試験対象の多結晶シリコン薄膜の下地には、共振振動数を調整するための $\text{SiO}_2$ 膜と破壊起点を多結晶シリコン薄膜上に限定するための $\text{Si}_x\text{N}_y$ 膜を用いた積層メンブレン構造を採用し、メンブレン外周の支持枠を振動試験器で加振するとメンブレンの中心に配置された錘が共振振動する試験片とした。本構造の共振振動数と共振の $Q$ 値を適切にすることで、疲労試験に必要な3 GPa以上の発生応力と2 kHz以上の共振振動数が得られる試験片を設計した。錘の変位はレーザ変位計で、支持枠の変位は振動試験器に内蔵された加速度計で測定することで、両者の相対変位を算出し、FEM解析でメンブレンに印加される最大発生応力を評価可能である。

## 第4章 実験方法

本章では、マイクロマシニング技術により一体で形成される試験片の作製方法と実装方法について述べた後、応力ランピング試験と疲労試験の実施方法をそれぞれ述べる。応力ランピング試験では、疲労試験で印加する応力の基準となる破壊強度を把握する目的で、試験片が破壊するまで応力振幅を増大させ続けた際の破壊強度を評価する。疲労試験は、応力ランピング試験の破壊強度を基準として印加する応力振幅を決定し、試験片が破断するまで一定の応力振幅を印加し続けた時の繰返し応力回数を疲労寿命として測定する。

### 4.1 試験片の作製・準備

#### 4.1.1 試験片作製プロセス

メンブレンの面外共振振動試験法を用いると、エッチングによる側壁への影響を排除し、多結晶シリコン薄膜の表面粗さが静的破壊強度や疲労寿命に与える影響を評価できる。そこで、表面粗さの異なる多結晶シリコン薄膜を試験するため、膜厚が 250 nm と 500 nm の 2 通り (sample A と sample B) を作製する (表 4-1)。一般に多結晶シリコンの表面粗さは膜厚と熱処理温度に依存するが、今回は多結晶シリコンの内部応力を一定にするため、熱処理条件を一定とし、膜厚で表面粗さを変化させる。Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> の膜厚はシリコン基板エッチング時の選択比とエッチングレートの内面ばらつきを考慮して 600 nm とする。-200 MPa (圧縮) の応力をもつ SiO<sub>2</sub> は、それぞれの水準で 300 nm と 390 nm とすることで、各水準の平均膜応力を同等とし、3.2.2 で述べた共振振動数の設計を両水準に適用できるようにする。内部応力  $\sigma_f$  は、試験片作製時に同バッチで成膜した別ウェハの成膜前後のウェハの曲率半径を薄膜応力測定装置 (FLX-2320-S 東朋テクノロジー) で測定し、式(4-1)から算出する。

$$\sigma_f = \frac{E_s t_s^2}{(1-\nu) t_f} \left( \frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right) \quad (4-1)$$

ここで、 $E_s$  は基板である Si のヤング率、 $\nu$  は基板である Si のポアソン比、 $t_s$  は基板の厚さ、 $t_f$  は薄膜の膜厚、 $R_1$  は成膜前のウェハの曲率半径、 $R_2$  は成膜後のウェハの曲率半径である。

表 4-1 メンブレンを形成する薄膜の内部応力と膜厚及び平均内部応力

	Internal stress (MPa)	Thickness (nm)	
		sample A	sample B
Polysilicon	100	250	500
SiO <sub>2</sub>	-200	300	360
Si <sub>x</sub> N <sub>y</sub>	100	600	390
Average stress of membrane (MPa)		21.7	21.5



サブミクロンオーダーの膜厚のメンブレンをもつ試験片を作製するにはマイクロマシニングプロセス技術が有効である。マイクロマシニングプロセス技術は、半導体回路作製技術を応用したものであるが、このプロセスを大きく分類すると、(a)成膜、(b) フォトリソグラフィによるパターンニング、(c) エッチングによる材料除去の 3 つの工程から構成される。本試験で使用する試験片は、メンブレンを作製するために、高アスペクト比の 3 次元のシリコン構造体が必要であり、異方性エッチングと呼ばれるエッチング手法が有効である。シリコン材料の異方性エッチングは、TMAH や KOH といったアルカリ性の液体エッチャントを使うウェットエッチングと、フッ素系や塩素系ガスをイオン化したものをエッチャントとするドライエッチングに大別できる。ウェットエッチングはウェハの結晶方位によるエッチングレートの違いを利用するもので、特定の結晶方位、また特定のパターン形状にしか適用できない。一方、ドライエッチングは、反応ガスがプラズマ化して生成した励起活性種（ラジカル）による化学的なエッチングと同時に、プラズマ中のイオンが電界により加速し、ウェハに垂直入射して物理的にスパッタエッチング（イオンアシストエッチング）を行うもので、任意の二次元パターンに対して結晶方位に依存せず適用できる。Inductive Coupled Plasma-Reactive Ion Etching(ICP-RIE)では、3  $\mu\text{m}/\text{min}$  以上のエッチングレートで高速エッチングすることができる。

本研究で用いる試験片では、シリコン基板表面に、円柱形状の錘を中心に有し、外周を正形状の支持枠で支持された多結晶シリコン、酸化シリコン、窒化シリコンの積層メンブレンを作製する必要がある。このような結晶方位に依存しない 3 次元構造を実現するために、試験片の製作には ICP-RIE を用いることとした。試験対象の多結晶シリコン膜は、通常 LP-CVD を用いて 620  $^{\circ}\text{C}$  程度において多結晶状態で成膜され、圧縮応力となる。しかし、MEMS において自立したメンブレン構造を作製するため、引張応力を持った多結晶シリコン膜が有用である。そこで、アモルファス状態で成膜後、熱処理で結晶化させることで、引張応力をもつ多結晶シリコン薄膜を成膜している[43][97] [98]。

図 3-1 に示した試験片構造のように、多結晶シリコンの破断を電氣的に検出し、試験を自動終了するために、図 4-1 に示すようにイオン注入によって多結晶シリコンに幅 30  $\mu\text{m}$  の配線を作製し、アルミニウム(Al)の電極を介して外部と電氣的に接続する。多結晶シリコン薄膜中の配線はボロン(B)をドーピング濃度  $1.6 \times 10^{20} \text{ ion}/\text{cm}^3$  注入することで、 $1.0 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{m}$  の電気抵抗率を持たせる[99]。配線長さの全長を 50 mm に設計することで、電気抵抗値を 250 nm の多結晶シリコンの膜厚に対して 66 k $\Omega$ 、500 nm の多結晶シリコンの膜厚に対して 33 k $\Omega$  程度となるようにする。配線の位置は、多結晶シリコンの破壊強度に影響を与えないよう、FEM 解析によりミーゼス応力が最大の 70%以下となる位置に配置される。これにより、試験中の多結晶シリコンの破壊は、配線が断線され電流が流れなくなることによって検出可能である。また、試験対象である多結晶シリコンを含む積層メンブレンは厚さが 1  $\mu\text{m}$  と非常に薄いため、工程中に傷などの欠陥を与えると容易に破壊してしまうだけでなく、試験

結果のばらつきの要因となる。これらの点を考慮して新規に構築した試験片作製プロセスの詳細と図示を以下に示す(図 4-2)。

1. CZ-P タイプの 6inch シリコンウェハを、ICP-RIE によるエッチング時間短縮のため、400  $\mu\text{m}$  に研削研磨し、両面が鏡面のウェハとする。
2. ICP-RIE 時のエッチングストップ層かつ、メンブレンに曲げ振動が加えられた際のメンブレン裏面からの破壊防止する  $\text{Si}_x\text{N}_y$  を LP-CVD で成膜する (成膜条件は表 4-2)。
3. メンブレンの平均膜応力を下げるため、 $\text{SiO}_2$  を Plasma Enhanced-Chemical Vapor Deposition (PE-CVD)で成膜 (成膜条件は表 4-3) する。さらに、 $\text{SiO}_2$  膜中の  $\text{H}_2$  や  $\text{O}_2$  ガスを除去し緻密化するために、 $\text{N}_2$  雰囲気で 830  $^{\circ}\text{C} \times 2$  時間の熱処理 (デンシファイ) を行う。
4. poly-Si 膜を LP-CVD を用いてアモルファス状態で低温成膜する (成膜条件は表 4-4)。
5. 配線用のイオン注入と裏面からの Si エッチングのために poly-Si 薄膜に対してターゲットフォトを行い、メンブレンを形成しない最外周部の poly-Si(アモルファス状態)をドライエッチングで除去する (エッチング条件は表 4-5)。
6. 配線用フォトを行い、イオン注入により poly-Si 膜上に配線を作製(イオン注入条件は、表 4-6) し、950  $^{\circ}\text{C} \times 3$  時間の熱処理で poly-Si 膜をアモルファス状態から結晶化するとともに、ドーピングされたイオンを活性化させる。
7. poly-Si 膜上に、工程 9~12 のウェハ裏面側加工時の保護膜として、 $\text{SiO}_2$  膜(厚さ: 1  $\mu\text{m}$ )を成膜する (成膜条件は表 4-3)。
8. ウェハを裏返し、工程 2, 4 の LP-CVD でウェハ裏面に成膜された poly-Si 膜と  $\text{Si}_x\text{N}_y$  膜をドライエッチングで除去(poly-Si 膜,  $\text{Si}_x\text{N}_y$  膜のエッチング条件は、それぞれ表 4-5、表 4-7) し、ウェハ裏面側に ICP-RIE 時のマスク材料として、PE-CVD で  $\text{SiO}_2$  を 3  $\mu\text{m}$  成膜する。
9. メンブレンを形成する部分の  $\text{SiO}_2$  膜をフォトとドライエッチングで開口する(エッチング条件は表 4-7)。
10. ウェハ裏面側をネガレジスト(SC100: 富士フイルム エレクトロニクスマテリアルズ)で保護する。
11. ウェハ表面側の  $\text{SiO}_2$  をバッファードフッ酸 ( $\text{HF}:\text{NH}_4\text{F}=1:6$ ) で除去し、Al 電極(厚さ: 1  $\mu\text{m}$ )をメタルマスクでパターニングして蒸着する。
12. ダイシング時の表面保護のため、レジスト SC100 を Al/poly-Si 上に塗布し、6inch から 20 mm 角チップ 36 個にダイシングした後、レジスト剥離液(MS1001: 富士フイルム エレクトロニクスマテリアルズ)で表面のレジスト SC100 を除去する。
13. レジスト SC100 を接着剤として、6inch ウェハ上に、ウェハ裏面を上側にしてチップを貼り付ける。
14. ICP による Deep-RIE エッチングで Si 基板をエッチング(条件は表 4-8)し、レジスト剥離液 MS1001 で 6inch ウェハからリリースする。

ICP エッチング前に 6inch ウェハのダイシングを行い、20 mm 角のチップに分割後エッチングを行った理由は、下記 2 点の理由による。

- (1) ICP エッチング時のエッチングレートの面内分布が 10%程度と大きく、全チップのエッチングを完了するための過剰なオーバーエッチングにより膜層割れが懸念される。
- (2) 膜層割れが発生すると歩留まりが低下するだけでなく、エッチング中にウェハを冷却するために、ウェハ裏面に流れているヘリウムがチャンバー内に漏れ出し、ICP エッチング処理が停止する。

そこで、予め ICP エッチングによる Si のエッチングレートの 6inch ウェハでの分布を測定（図 4-3）しておき、エッチングレートのばらつきがウェハ中心に対して 5%以内の位置にのみ、工程 13 でダイシング後のチップを貼り付けることで、オーバーエッチングを最小限にし、膜層割れを確実に防止する。

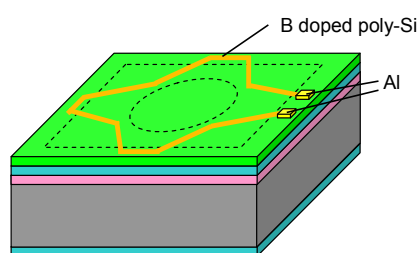


図 4-1 試験片のイオン注入による電気配線と Al 電極の配置

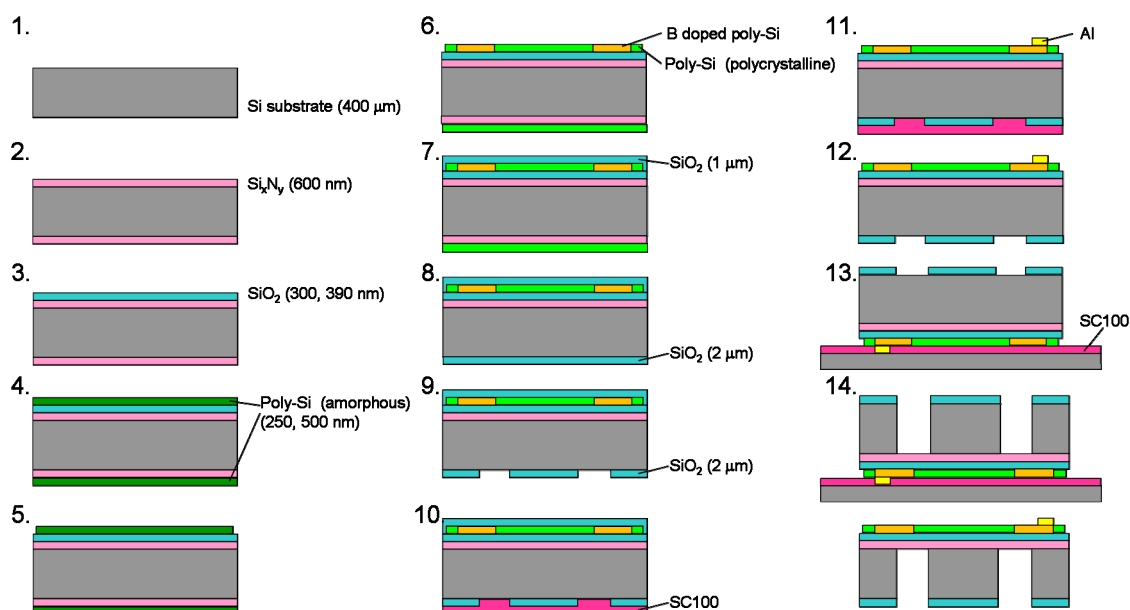


表 4-2 Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> の成膜条件

Temperature (°C)		830
Gas flow rate (sccm)	DCS	350
	NH <sub>3</sub>	58
Pressure (Pa)		23
Deposition rate (nm/min)		4.3
Composition rate x/y		0.89

表 4-3 SiO<sub>2</sub> の成膜条件

Temperature (°C)		360
RF power (W)		180
Gas flow rate (sccm)	SiH <sub>4</sub>	50
	N <sub>2</sub> O	1500
Pressure (Pa)		330
Deposition rate (nm/s)		11

表 4-4 poly-Si の成膜条件

Temperature (°C)		540
Gas flow rate (sccm)	SiH <sub>4</sub>	150
	N <sub>2</sub>	450
Pressure (Pa)		46.7
Deposition rate (nm/min)		1.1

表 4-5 poly-Si エッチング条件

RF power (W)		300
Gauss (G)		75
Gas flow rate (sccm)	HBr	40
	Cl <sub>2</sub>	40
Pressure (Pa)		13
Etching rate (nm/s)		3.6

表 4-6 イオン注入条件

Poly-Si thickness (nm)	Sample A	Sample B
Dose amount (ion/cm <sup>2</sup> )	4x10 <sup>15</sup>	8x10 <sup>15</sup>
Dopant species	B(ボロン)	
Accelerating voltage (keV)	40	

表 4-7 Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> と SiO<sub>2</sub> のエッチング条件

RF power (W)		400
Gas flow rate (sccm)	CHF <sub>3</sub>	45
	O <sub>2</sub>	45
Pressure (Pa)		13
Etching rate (nm/s)		2.7

表 4-8 ICP-RIE のエッチング条件

Etching condition		Passivation condition	
SF <sub>6</sub> flow rate (sccm)	180	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> flow rate (sccm)	130
Pressure (Pa)	2.0	Pressure (Pa)	2.0
Antenna power (W)	600	Antenna power (W)	600
Bias power (W)	23	Bias power (W)	0
Chiller temperature (°C)	0	Chiller temperature (°C)	0
Process time (sec/cycle)	12	Etching time (sec/cycle)	5

Etching rate (μm/min)

		x (mm)								
		-70	-52.5	-35	-17.5	0	17.5	35	52.5	70
y (mm)	70			3.38	3.19	3.09	2.99	3.04		
	52.5		3.42	3.26	3.13	3.01	2.95	2.93	2.86	
	35	3.39	3.34	3.25	3.14	3.00	2.89	2.87	2.86	2.84
	17.5	3.46	3.39	3.21	3.15	3.08	2.97	2.83	2.88	2.88
	0	3.46	3.86	3.09	3.13	3.12	3.05	2.86	2.87	2.88
	-18	3.36	3.33	3.21	3.11	3.11	3.04	2.93	2.94	2.80
	-35	4.34	3.38	3.06	3.13	3.21	3.00	2.96	2.94	2.92
	-53		3.47	3.30	3.20	3.14	3.08	3.02	3.07	
	-70			3.35	3.47	3.22	3.14	3.15		

Deviation of Etching rate (%)

		x (mm)								
		-70	-52.5	-35	-17.5	0	17.5	35	52.5	70
y (mm)	70			8.28	2.40	1.12	4.09	2.42		
	52.5		9.60	4.50	0.45	3.46	5.49	6.12	8.26	
	35	8.60	7.12	4.25	0.63	3.79	7.49	8.00	8.25	9.11
	17.5	10.81	8.66	2.90	0.94	1.41	4.90	9.20	7.80	7.64
	0	10.87	23.81	0.98	0.47	0.00	2.35	8.40	7.95	7.65
	-18	7.63	6.74	2.78	0.23	0.23	2.58	6.19	5.78	10.31
	-35	38.96	8.46	1.78	0.20	2.73	3.77	5.25	5.83	6.25
	-53		11.14	5.72	2.58	0.60	1.27	3.19	1.67	
	-70			7.39	11.06	3.09	0.71	0.85		

図 4-3 ICP-RIE のエッチングレート分布とウェハ中心に対するばらつき分布

## 4.1.2 試験片の実装

作製した試験片を用いて疲労試験を行うためには、振動試験器上に試験片を固定する必要がある。図 4-4 に試験片の振動試験器への固定方法の詳細を示す。高温での試験にも対応できるように、シリコンと線膨張係数が近い SUS430 を試験片の土台とし、振動試験器の振動面にボルトで固定する。試験片はこの土台に、流動性の高いシリコン接着剤(TSE397 モメンティブ)で固定し、振動試験器の振動を試験片に伝達させる。TSE397 は、シリコンと同等の線膨張係数をもつだけでなく、150 °C までの高温で十分な接着強度を保持するため、今回のようなシリコン基板と SUS などの金属材料の接合に適している。試験片の錘の底面と土台表面の間隔は、図 3-6 より 400  $\mu\text{m}$  以上に設定する必要があるが、できるだけ高い  $Q$  値を得るために錘の下の土台部は除去し、ダンピングをできる限り低減する。試験片にイオン注入で作製した配線抵抗をモニタリングするためには、外部への配線の引き出しが必要である。中継ターミナルとして、ゲージ端子(T-F2 共和電業)を SUS430 基板上に接着剤(TSE397)で貼り付け、試験片上の Al 電極とゲージ端子の一端を Au のワイヤーボンディングで接続し、他端にリード線をはんだ付けすることでマルチメータなどの計測器を接続できるようにする。

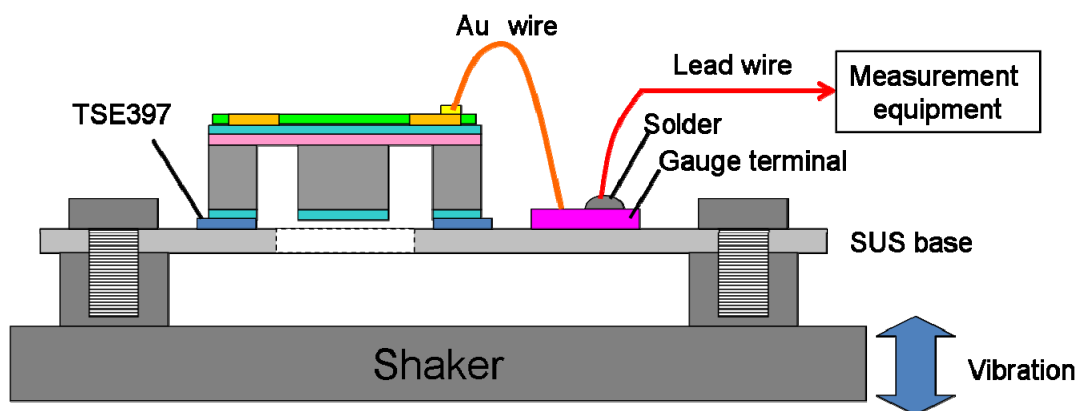


図 4-4 試験片の振動試験器への固定方法と外部との電氣的接続方法

## 4.2 応力ランピング試験

応力ランピング試験では振動試験器の加振振動数を共振振動数に近付けていくことで、応力振幅を連続的に上昇させ、メンブレンが破壊した際の応力振幅を評価する。この試験で得られた破壊強度を規格化応力として疲労試験の応力条件を決定する。振動試験器の加速度振幅を一定( $320 \text{ m/s}^2$ )として、振動数を微小変位状態の共振振動数より低い  $200 \text{ Hz}$  から  $10 \text{ Hz/s}$  または  $50 \text{ oct/min}$  (1 分間で振動数を 50 倍に増幅)の振動数の掃引速度で上昇させることで試験片を共振させ、応力振幅を増大させる。共振を用いた破壊強度試験の場合、破壊応力が発生するまでに繰返し応力が印加されるため、疲労試験の一種と見なすことができる。そのため、掃引速度を変化させることで、低サイクルでの疲労寿命を広い範囲で取得し、精度の高い S-N 線図を作成可能である[100]。破壊強度は、メンブレンが破壊した時の錘と支持枠の相対変位から評価する。5.1 で評価される試験片の実際の寸法と内部応力を用いて、相対変位と多結晶シリコンに印加される最大ミーゼス応力の関係を、多結晶シリコンの膜厚が  $250 \text{ nm}$  と  $500 \text{ nm}$  の両方の場合について、ANSYS で計算した結果を図 4-5 に示す。本手法では曲げ応力が支配的であり、同一の変位量では曲率が同一であるため、中立軸から最も離れた多結晶シリコンの表面でミーゼス応力が最大となる。従って、多結晶シリコンの膜厚が厚いほどメンブレンに発生する最大ミーゼス応力は高くなる。低サイクルでの破壊強度は湿度の影響を受けないため[100]、試験環境は  $25^\circ\text{C}$   $50\%\text{RH}$  で一定とした。疲労試験で印加する応力の基準となる規格化応力を定義するため、試験結果をワイブル統計で整理する。ワイブル統計は、材料の破壊が最も弱い点から起こる最弱リンクモデルに基づいた材料の強度分布を示す[101]。シリコンは脆性材料であり、その強度にばらつきをもつため、その破壊強度はワイブル統計に従い、累積破壊確率  $F$  は次式で表される。

$$F = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (4-2)$$

ここで、 $m$  は強度のばらつき程度を表すワイブル係数 (Weibull modulus)、 $\sigma_0$  は平均強度に対応して、 $63\%$  ( $=1-e^{-1}$ )の試験片が破壊する応力であり、規格化応力(stress scaling parameter)と呼ばれる。

ワイブル統計処理を行うため、破壊強度を昇順に並べ替え、メディアンランクで定義した累積破壊確率を定義する。得られた破壊強度と累積破壊確率  $F$  の結果を式(4-2)にフィッティングすることで、ワイブル係数  $m$  と規格化応力  $\sigma_0$  を評価する。

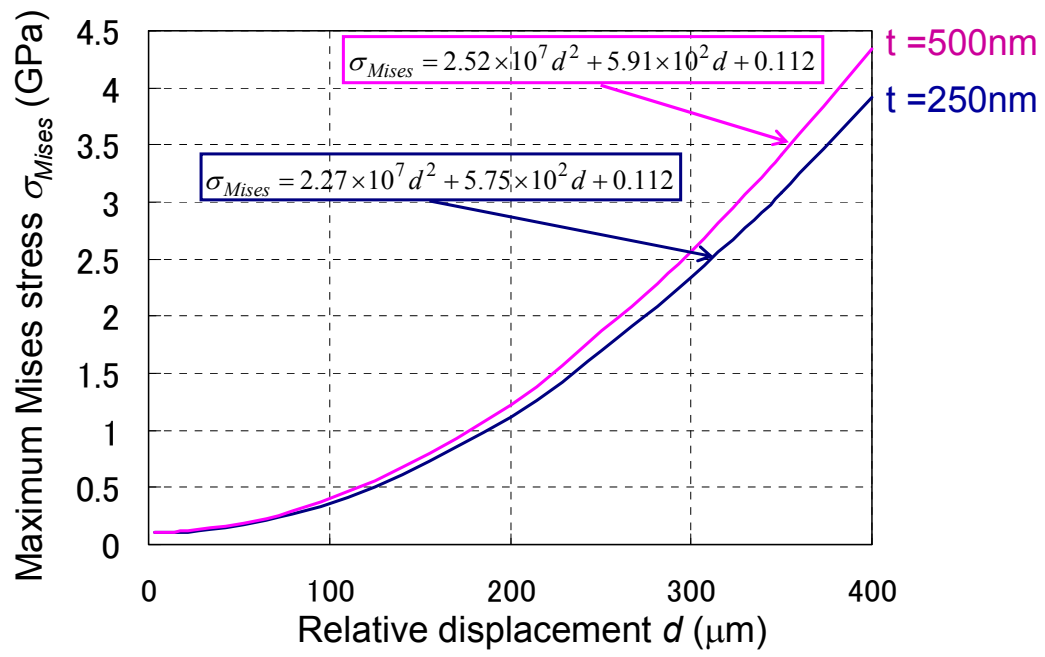


図 4-5 最大ミーゼス応力と相対変位の関係



### 4.3 疲労試験

疲労試験は一定の応力振幅を印加し続け、メンブレンが破壊するまでの繰返し回数を疲労寿命として測定した。印加応力の最大値は、10 Hz/s の掃引速度で応力ランピング試験を行った際の破壊強度である規格化応力 $\sigma_0$  の 70, 80, 90%となるように振動試験器の振動数を調整することで相対変位を一定に制御して疲労試験を行う(図 4-6)。疲労試験での印加応力と相対変位の関係を図 4-7 に、この関係に従って算出した疲労試験に必要な相対変位量を表 4-9 に示す。このようにして設定した変位振幅に到達させた後は、メンブレンが破壊するまで振動数と変位振幅を保持する。本手法では、大変形効果を利用して応力振幅を制御しているため、低印加応力の試験条件ほど振動数が低くなり、印加応力に応じて駆動振動数が変化してしまう。しかし、シリコン薄膜における疲労寿命に駆動振動数が与える影響については Sharpe ら[24]が報告しており、Kamiya ら[102]は複数の研究者による様々な手法・周波数で評価した疲労寿命を比較している。両者は、疲労寿命に試験周波数は影響を与えないことを示している。従って、本実験では疲労寿命として試験片の破壊までの時間ではなく、繰返し応力回数(=振動数×時間)を疲労寿命と定義している。また、本手法では錘の変位振幅の振動中心は原点(=力を加えない初期状態)であり、多結晶シリコンは約 100 MPa の内部応力をもつが破壊強度に比べて十分小さいため、(最大圧縮ひずみ)/(最大引張ひずみ)で定義される応力比  $R \simeq -1$  となる。この場合、引張応力と無負荷状態の繰返しである  $R=0$  と比べて過酷な試験条件となり、多結晶シリコン薄膜の疲労寿命が短くなることが Kahn ら[103][104]によって報告されている。

試験環境は 25 °C において、それぞれ相対湿度が 5%RH, 35%RH, 50%RH, 95%RH の 4 種類 90 °C において、それぞれ相対湿度が 5%RH, 35%RH, 50%RH, 70%RH の 4 種類として、疲労寿命の応力・周囲雰囲気依存性を明らかにする。

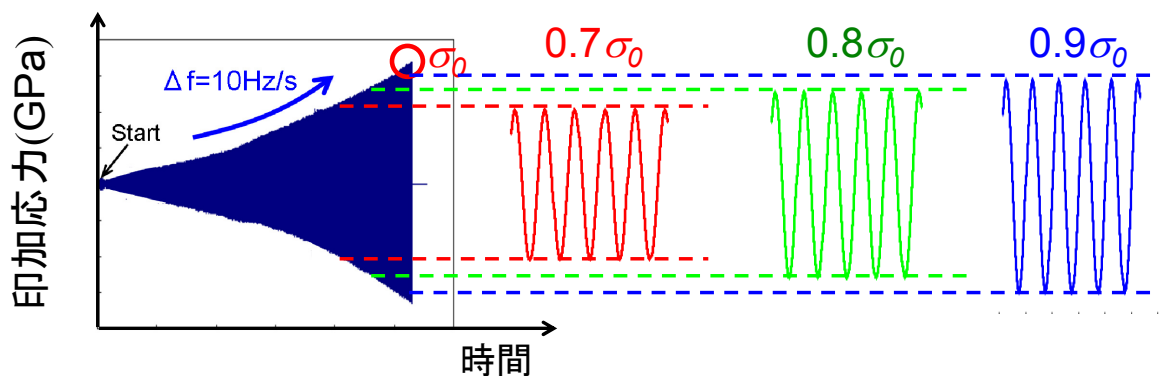


図 4-6 応力ランピング試験に対する疲労試験の応力条件

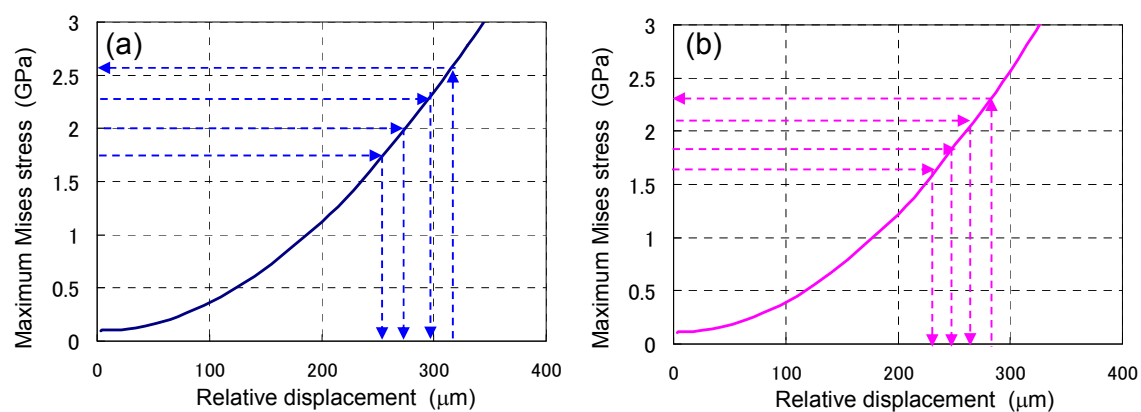
図 4-7 疲労試験時の応力と相対変位の関係(a)  $t=250\text{nm}$  (b)  $t=500\text{nm}$ 

表 4-9 疲労試験における相対変位の条件

$\sigma/\sigma_0$	sample A ( $t=250\text{nm}$ )		sample B ( $t=500\text{nm}$ )	
	Stress (GPa)	Displacement ( $\mu\text{m}$ )	Stress (GPa)	Displacement ( $\mu\text{m}$ )
1	2.58	318	2.35	285
0.9	2.32	297	2.12	268
0.8	2.06	280	1.88	253
0.7	1.81	260	1.65	235

#### 4.4 まとめ

「メンブレンの面外共振振動試験法」に用いる試験片は、通常のマイクロマシニングプロセスを用いることで作製可能である。外周部が正方形の支持枠で固定され、中心部に錘を有した積層メンブレン構造は、メンブレンとなる薄膜を基板表面に全て成膜後、反対面から基板を除去することで、一体で作製することができる。しかし、試験対象である多結晶シリコン薄膜にプロセス中にダメージを与えない工夫が必要である。疲労寿命を評価する前に、疲労試験における応力振幅の基準となる破壊強度を定義すると共に、疲労試験では取得できない低サイクルでの疲労寿命を評価する目的で、試験片が破壊するまで応力振幅を増大させる応力ランピング試験を行う。得られた破壊強度から、ワイブル統計を用いることで規格化応力を定義する。疲労試験では、振動試験器の振動数を調整することで規格化応力の 70, 80, 90%を試験片が破断するまで印加し続け、駆動周波数×時間で算出される繰返し応力回数を疲労寿命として評価する。

## 第5章 実験結果

本章では、試験片の寸法や多結晶シリコンの膜厚や粒径、表面粗さ、膜中欠陥の有無などの膜質の評価結果を示した後、構築した試験装置と評価系の特性及び試験片の共振振動数や共振  $Q$  値などの振動特性を測定した結果を述べる。次に、作製した試験片を用いて応力ランピング試験の結果とワイブル統計による低サイクルでの破壊強度を算出した結果を示す。これを基準として疲労試験時の応力振幅を決定し、試験環境の湿度及び温度をパラメータとした際の疲労試験結果として S-N プロットを示す。

### 5.1 試験片作製

作製した試験片を光学顕微鏡と SEM で観察した結果を図 5-1 に、内部応力と膜厚の実測結果を表 5-1 に示す。酸化シリコン膜の内部応力は、ほとんど設計値通りであったが、多結晶シリコン膜と窒化シリコン膜の内部応力は、設計値より 10MPa 程度高かった。SEM の断面から測定した膜厚は、すべての薄膜で設計値通りであった。次に試験片の平面パターン寸法を実測した結果を表 5-2 に示す。各寸法は、設計値であるマスク寸法通りであり、錘はメンブレンの中心部に偏心なく配置されていることを確認した。このような設計値と作製した試験片の間の寸法や内部応力の誤差は、FEM 解析による錘の変位からの応力評価時の誤差となるため、実際の測定値を用いて再度 FEM 解析を行い、錘と支持枠の相対変位からの応力評価に反映した。

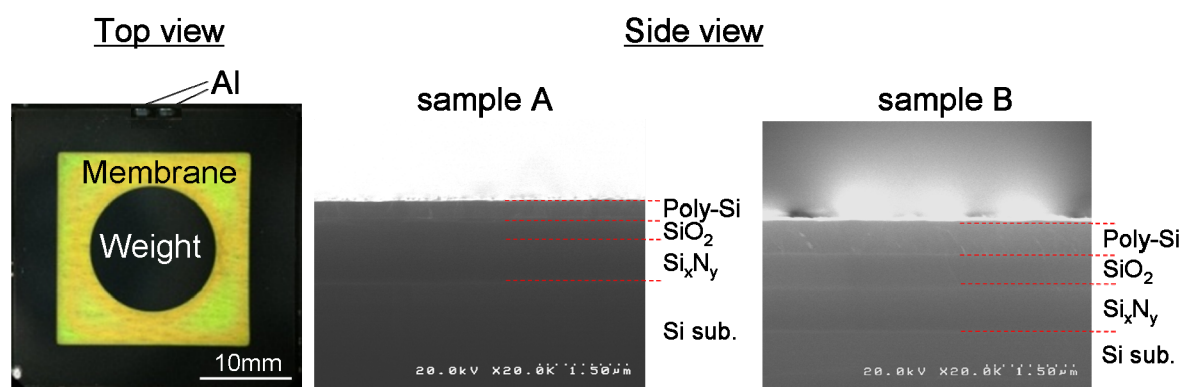


図 5-1 作製した試験片の上面図(光学顕微鏡)及び側面図(SEM 像)

表 5-1 内部応力と膜厚の実測の設計値との比較

	Internal stress (MPa)		Thickness (nm)			
			sample A		sample B	
	Design	Measured	Design	Measured	Design	Measured
Polysilicon	100	112±5.4	250	250±0.12	500	499±0.26
SiO <sub>2</sub>	-200	-199±9.1	300	303±4.0	360	358±4.3
Si <sub>x</sub> N <sub>y</sub>	100	113±7.0	600	624±4.4	600	624±4.4

※ばらつきは標準偏差

表 5-2 試験片の寸法の実測の設計値との比較

		Design	Measured
Frame size (mm)	X	16	16.0±0.038
	Y	16	16.0±0.039
Weight diameter (mm)		12	12.0±0.047
Eccentricity of weight against frame (μm)	X	0	-3.9±24.5
	Y	0	3.9±35.7
Minimum membrane width (mm)	X	2	2.03±0.028
	Y	2	2.03±0.028

※ばらつきは標準偏差

多結晶シリコン薄膜の膜質と破壊強度や疲労寿命との相関関係を明確にするために、多結晶シリコンの結晶断面、表面粗さ、平均粒径及び結晶配向性をそれぞれ TEM, AFM, 電子線回折結晶方位解析(Electron Back Scatter Diffraction: EBSD)を用いて評価した。結晶断面を断面 TEM で評価した結果を図 5-2 に示す。両方の膜厚水準において、結晶は基板面垂直方向に対して斜めに成長しており、膜厚方向に細長い形状であった。膜厚方向に存在する結晶の数は、膜厚が 250 nm の時 1~2 個分であり、膜厚が 500 nm の時は膜厚方向の結晶は 2~3 個分であり、結晶粒界は膜内に網目状に存在していた。破壊の起点に成り得るような大きな結晶欠陥は膜表面、膜内ともに観察されず、良質な多結晶シリコン薄膜であることを確認した。

表面粗さは AFM (SPA 400 SII)で評価した。評価結果を図 5-3 に示す。多結晶シリコンの表面は、球状の粒子が多数結合したような形状をしており、平均表面粗さ  $R_a$ 、平均粒子径、最大高低差  $R_{max}$  は膜厚の増大とともに大きくなった。これは膜厚増大に伴い、アモルファス状態からの結晶成長が進みやすくなったことを示しており、平均粒子径の増大に伴って、 $R_a$  や  $R_{max}$  で表される表面粗さは増加した。AFM のデータから算出した平均粒子径は、膜厚

が 250 nm の時 140 nm であり、膜厚が 500 nm の時 184 nm であった。

平均粒子径と結晶配向性は、EBSD を用いて評価した。EBSD は、後方散乱電子回折を利用して、結晶性試料の方位解析をする方法であり、 $60^{\circ}\sim 70^{\circ}$ に傾斜した試料に電子プローブを照射すると、側方に置いた蛍光スクリーン上に電子回折パターンが得られる。この電子回折パターンを検出器で取り込み、方位解析を行いながら、電子プローブで試料表面を走査すると、各点の方位情報が得られる。これを利用して結晶方位分布を解析することができる。EBSD の評価結果を図 5-4 に示す。多結晶シリコン薄膜表面の結晶方位は(111)面であるものの割合が多く、この結晶方位に優先配向してアモルファス状態から結晶成長した。隣り合う結晶粒の結晶方位変化から、粒界を定義することで粒子径分布を評価することが可能である。平均粒子径は、膜厚が 250 nm の時 210 nm、膜厚が 500 nm の時 260 nm であり、AFM から算出した値よりやや大きくなった。その理由としては、EBSD では電子線回折を用いて結晶方位の変化から粒界を規定しており、粒径に対する空間分解能が十分ではなく、100 nm 以下の微小な結晶粒径を正しく評価できなかったため、AFM に比べて平均粒子径が大きくなったと考えられる。

以上より、試験対象である多結晶シリコン薄膜の断面及び平面状態や結晶の平均粒子径、配向性が明らかとなった。膜厚が 250 nm と 500 nm では結晶成長時に膜厚の違いが影響して、膜厚の増大と共に、平均粒子径が増大し、表面粗さも上昇することが示された。

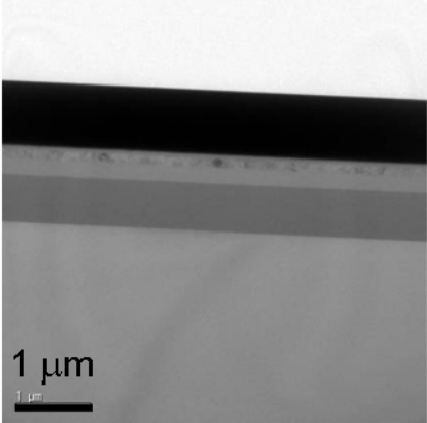
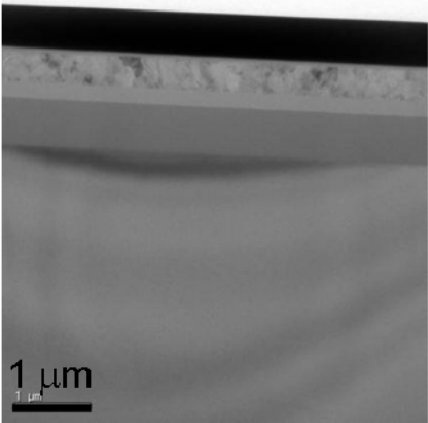
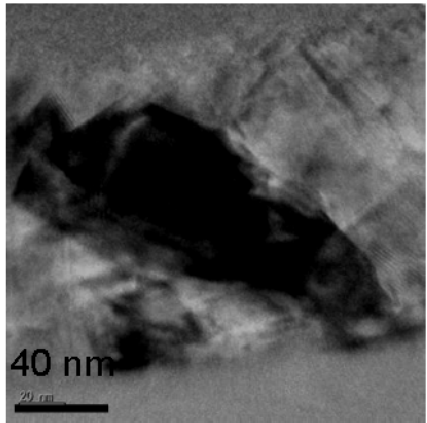
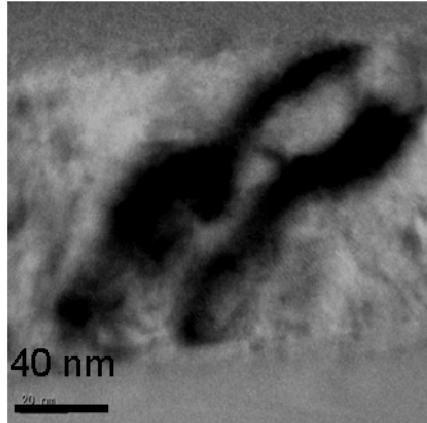
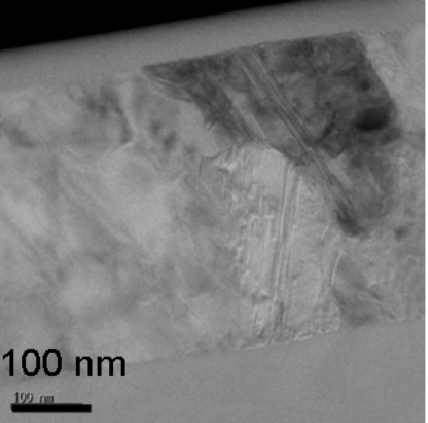
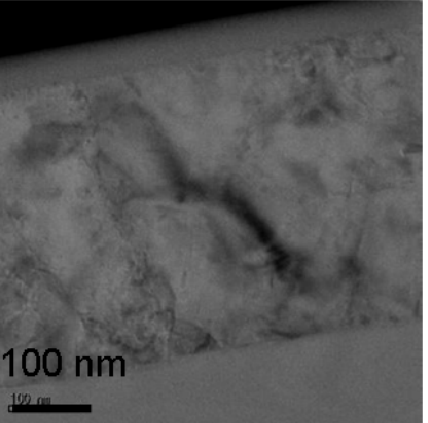
	$t=250\text{nm}$	$t=500\text{nm}$
Overall view		
Enlarged view	 	 

図 5-2 断面 TEM による多結晶シリコン薄膜断面の観察結果

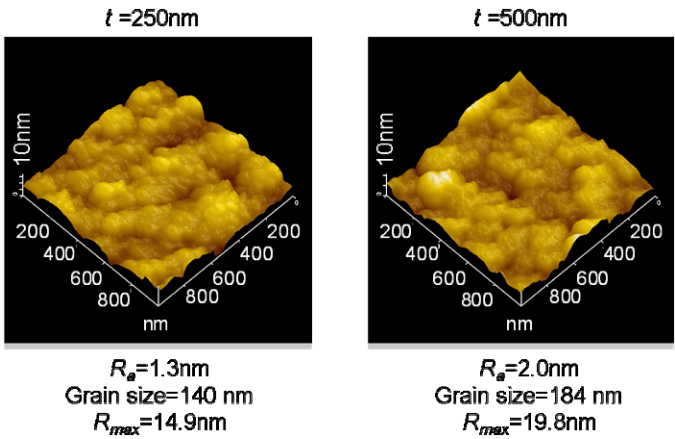


図 5-3 AFM による多結晶シリコン表面の表面形状評価結果

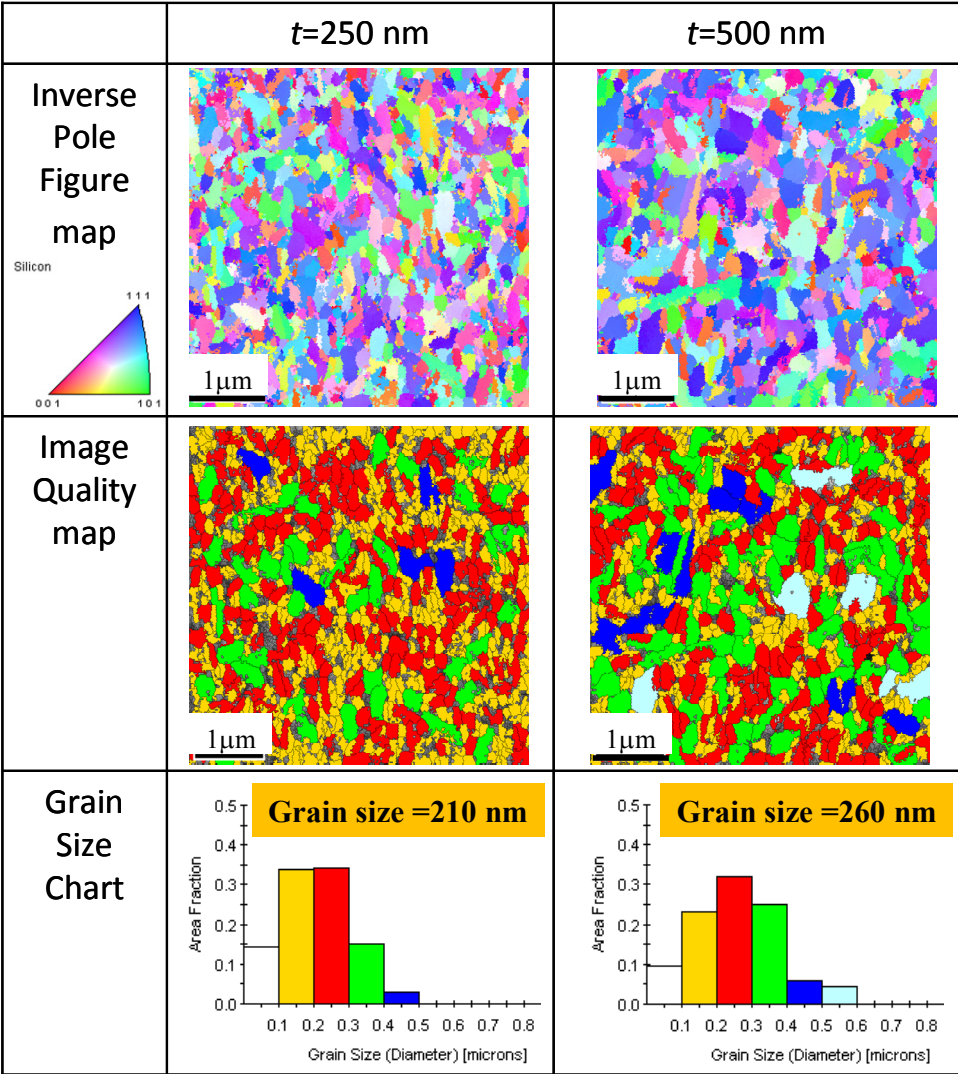


図 5-4 EBSD による結晶配向性と粒子径分布評価結果



## 5.2 試験系の特性

### 5.2.1 変位測定精度

振動試験中の錘部の変位はレーザ変位計で測定するが、振動試験器の振動や恒温恒湿槽に内蔵されたコンプレッサの振動、建屋の揺れ等がレーザ変位計に影響を与える可能性があるため、試験前にそのばらつき程度を把握しておく必要がある。そこで、今回構築した評価装置における、レーザ変位計の変位測定精度を評価した。

恒温恒湿槽を移動させた状態で振動試験器の振動面を静止させ、振動面にボルトで固定した試験片の土台面の変位をレーザ変位計で測定した結果を図 5-5 に示す。レーザ変位計の分解能  $1\mu\text{m}$  で土台の変位を測定した結果、その変位は最大で  $\pm 3\mu\text{m}$  であり、その標準偏差は  $0.98\mu\text{m}$  であった。これはレーザ変位計の分解能と同程度であり、評価対象である相対変位に比べて十分小さい。続いて、振動試験器を 300 Hz の振動数で  $50\mu\text{m}$  と  $100\mu\text{m}$  の変位振幅で振動させた場合の土台面を測定した結果を図 5-6 に示す。加振振動数は、振動試験器内蔵の加速度計でフィードバックされており、その誤差は 1 Hz 未満である。従って、加速度計の振動数を疲労寿命算出時のデータ処理に用いた。振幅は、図 5-5 の静止時に見られた数十 Hz 程度の変位変動の影響により、試験振動数である 300Hz より十分遅い周波数での波形全体の上方向へのゆらぎが見られた (図 5-7)。これにより、変位測定の絶対値は  $10\mu\text{m}$  程度ドリフトするが、振動試験器の加振振動数である 300 Hz で振動する波形の 1 波長分の振幅から変位を算出することで、誤差の影響を  $1\mu\text{m}$  程度に抑制できる。つまり、図 5-8 に示すように、ドリフト周期より十分に短い時間で、その時の振動原点に対する振幅量(A')が、ドリフトがない場合の振幅量(A)と等しいとして錘部の変位とすることで、振動前の初期位置に対する錘の変位を約  $1\mu\text{m}$  の分解能で評価可能である。

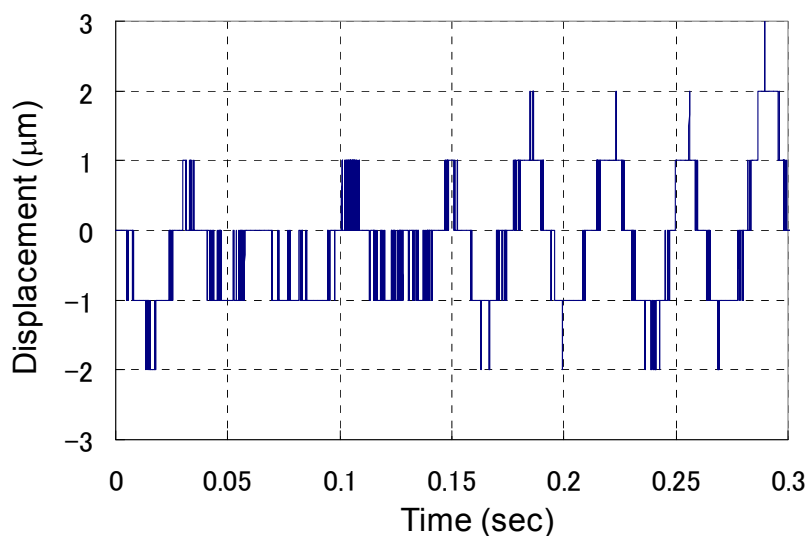


図 5-5 振動試験器静止時の土台面の変位測定結果

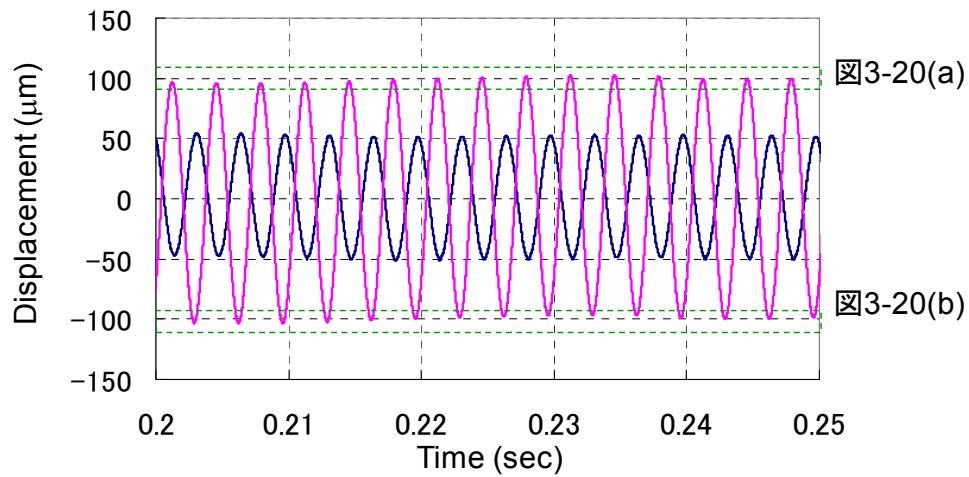


図 5-6 振動数 300 Hz, 振幅 50  $\mu\text{m}$ , 100  $\mu\text{m}$  で振動時の変位測定結果

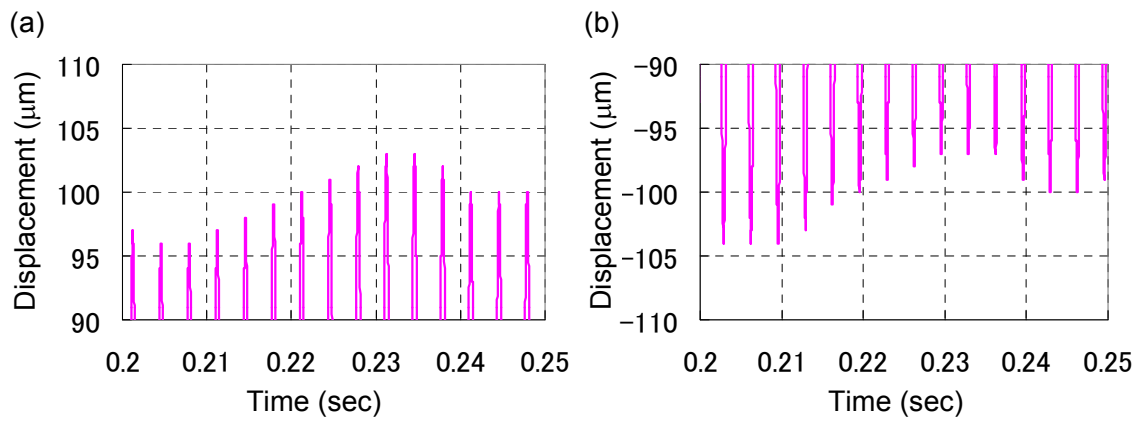


図 5-7 低周波ゆらぎによる変位の変動(a) 振動上部拡大(b)振動下部拡大

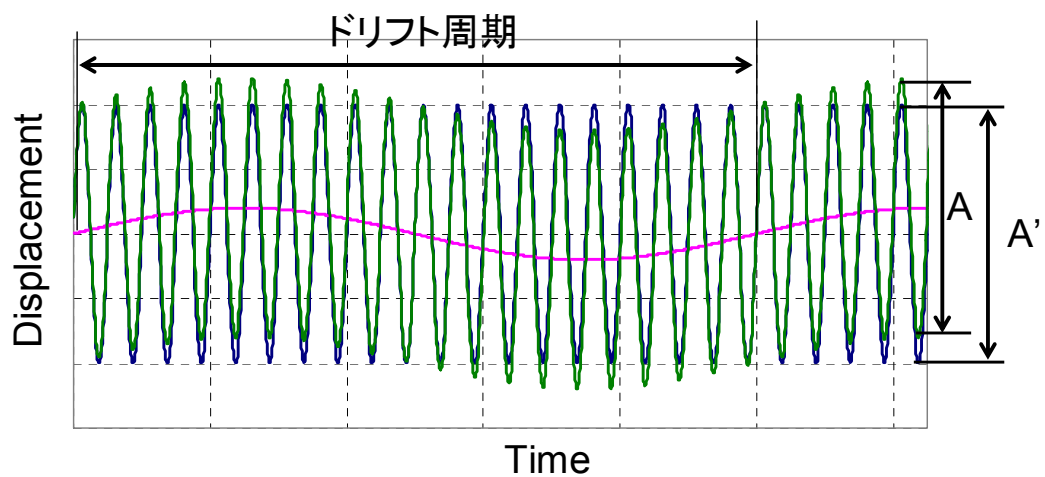


図 5-8 低周波ゆらぎを含む振動からの振幅算の考え方

## 5.2.2 試験片振動特性

試験片の共振振動数と  $Q$  値を評価するために、土台上に設置した試験片に対して、支持棒の変位振幅を  $1\ \mu\text{m}$ ,  $1.25\ \mu\text{m}$ ,  $1.5\ \mu\text{m}$  として、振動数を掃引させた際の錘変位を計測した結果を図 5-9 に示す。支持棒の変位振幅が増大するに伴い、共振振動数は上昇し、 $Q$  値も増大した。各変位振幅条件での共振振動数と錘変位/支持棒変位の最大値として算出した  $Q$  値の結果をまとめて、表 5-3 に示す。このようにして実測した錘と支持棒の相対変位の最大値と共振振動数を図 3-5 に重ねてプロットした結果を図 5-10 に示す。振動振幅に応じて変化する共振振動数の実測値は設計値とよく一致し、大変形効果による共振振動数の上昇が設計に反映されていた。次に、 $Q$  値の実測値と設計値を比較した結果を図 5-11 に示す。 $Q$  値は図 3-6 の解析結果通り、共振振動数の上昇に行い増加したが、設定した錘底面と振動試験器の振動面とのギャップに対して得られた  $Q$  値は低下した。この  $Q$  値の誤差は Coventorware による解析では、メンブレン相当寸法の 2 枚の対向する平行平板をモデルとして計算を行ったが、実際の実験系の振動試験器の振動面と錘部の形状が異なることと、その間隔が一定でないことが要因として考えられる。しかし、得られた  $Q$  値は多結晶シリコンに 3GPa 以上の応力が印加される変位以上を実現できるため、本試験方法と試験片を用いて、目的とする疲労試験が実施可能である。

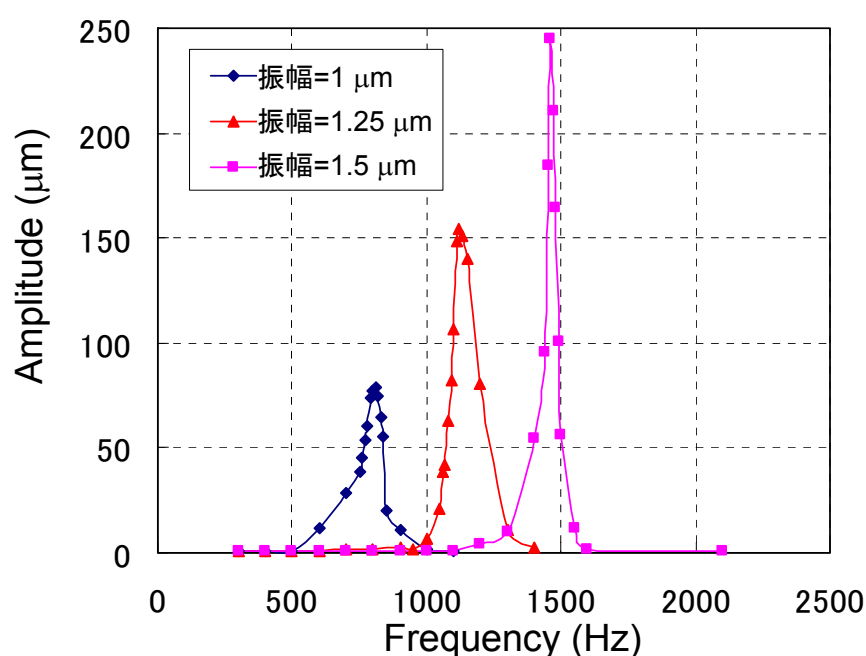
図 5-9 共振振動数と  $Q$  値の測定結果

表 5-3 共振振動数と  $Q$  値の実測結果のまとめ

Vibration amplitude ( $\mu\text{m}$ )	Resonant frequency (Hz)	Maximum amplitude ( $\mu\text{m}$ )	Q factor
1	810	78.5	78.5
1.25	1120	154.5	123.6
1.5	1460	245.2	163.5

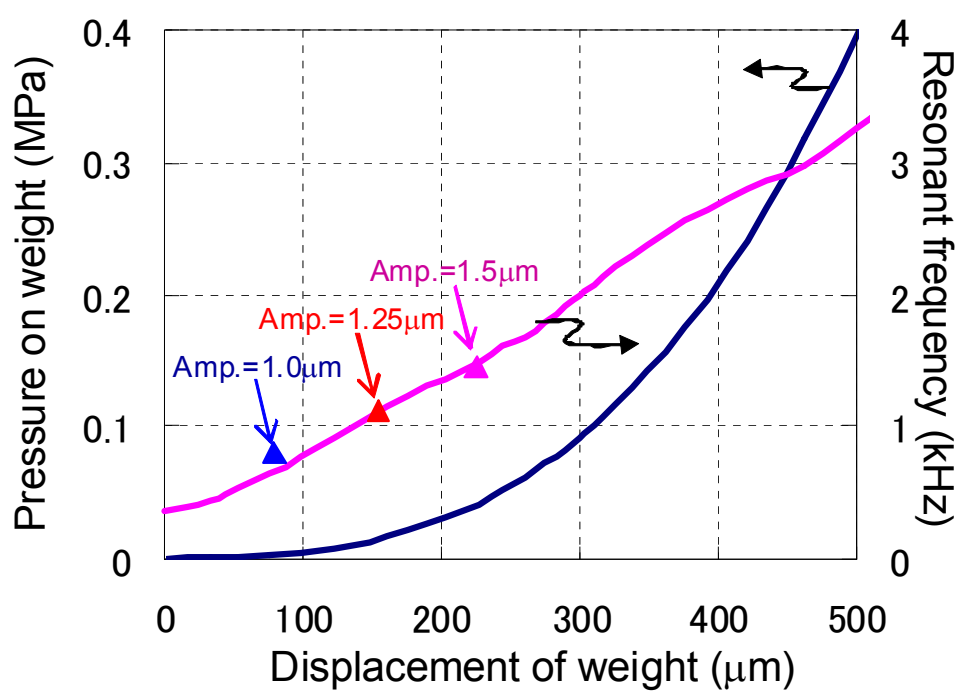
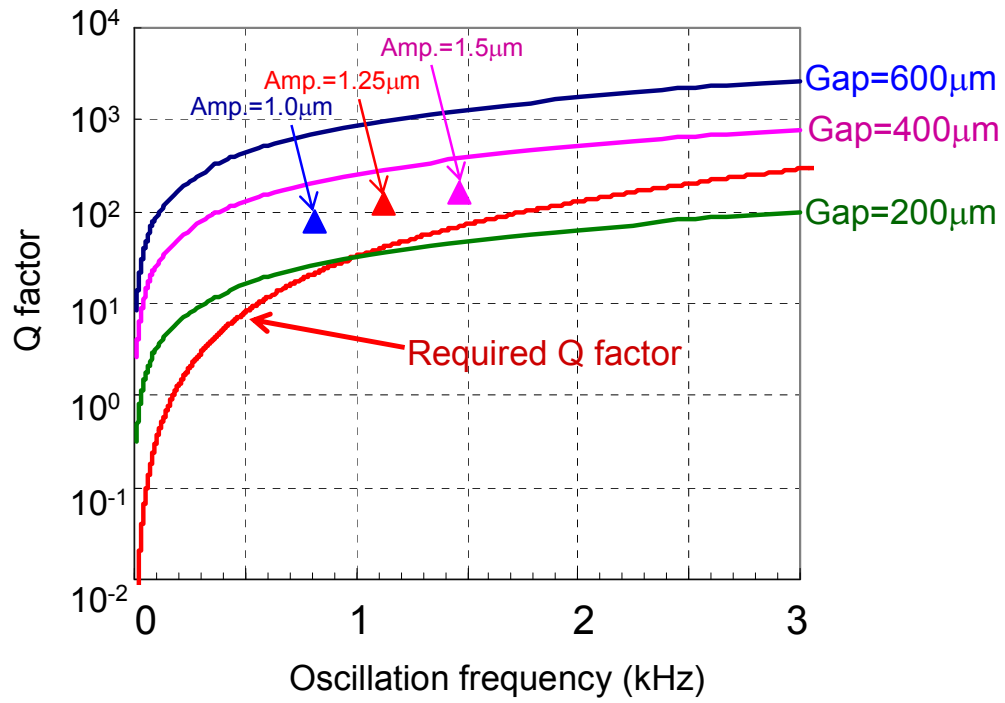


図 5-10 共振振動数の設計値と実測値の比較

図 5-11  $Q$  値の設計値と実測値の比較

### 5.3 面外共振振動試験

#### 5.3.1 応力ランピング試験

多結晶シリコンの膜厚が 250 nm の試験片を用いた場合の、300 Hz と 1.5 kHz における支持枠と錘の変位波形を図 5-12 に示す。図 5-12 (a)に示すように、300 Hz では支持枠と錘は同位相で変位するため、相対変位は微小であった。一方、図 5-12 (b)に示すように、振動試験器の加振振動数が試験片の共振振動数に近づくと、支持枠の変位振幅は振動数の二乗に反比例して減少し、数 $\mu\text{m}$  の微小変位となるが、錘の変位振幅は共振により増大した。それに伴い、支持枠と錘の振動変位の位相差が  $0^\circ$  から  $90^\circ$  にシフトして共振振動する。実験結果として膜厚が 250 nm の場合を示したが、500 nm の膜厚の場合も同様の波形であった。

図 5-13(a)に 10 Hz/s の掃引速度で振動数を増大させた場合の相対変位（錘変位-支持枠）の時間依存性を示す。相対変位は、振動数の増大と共に上昇し、約 212 秒後に振動数が約 2 kHz に到達した。この時、錘と支持枠の間に 300  $\mu\text{m}$  以上の相対変位が発生し、試験片のメンブレンが破壊した(図 5-13(b))。レーザ変位計と錘上面の距離が最大の時に破断が起こっていることから、錘が支持枠より下方に変位している時にメンブレンが破断した。錘は原点を中心に上下対称に振動し、多結晶シリコンに印加される最大引張応力と最大圧縮応力は同等であり、引張の内部応力を考慮した場合であっても  $R \approx -1$  であった。同様に、50 oct/min の掃引速度で振動数を増大させた場合の相対変位の時間依存性を図 5-14(a)に示す。掃引速度は指数関数的に増大し、約 2 秒後に試験片のメンブレンが破壊した(図 5-14(a))。50 oct/min の掃引速度で試験を行うと、10 Hz/s の場合に比べて、1/100 以下の試験時間でメンブレンを破壊することができ、より短サイクルでの疲労寿命を評価できる。

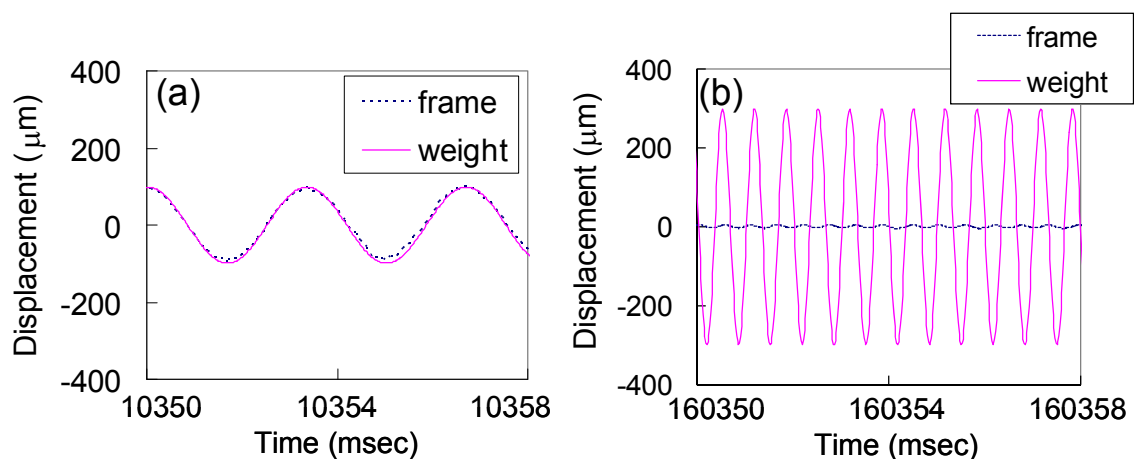


図 5-12 (a) 300 Hz (b) 1.5 kHz における支持枠と錘の変位測定結果

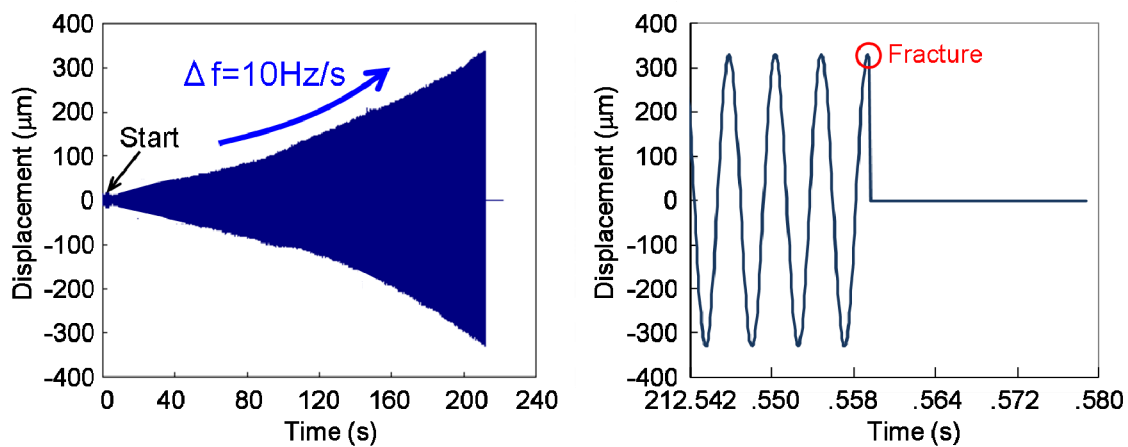


図 5-13 10 Hz/s の掃引速度における相対変位と破断時の変位波形

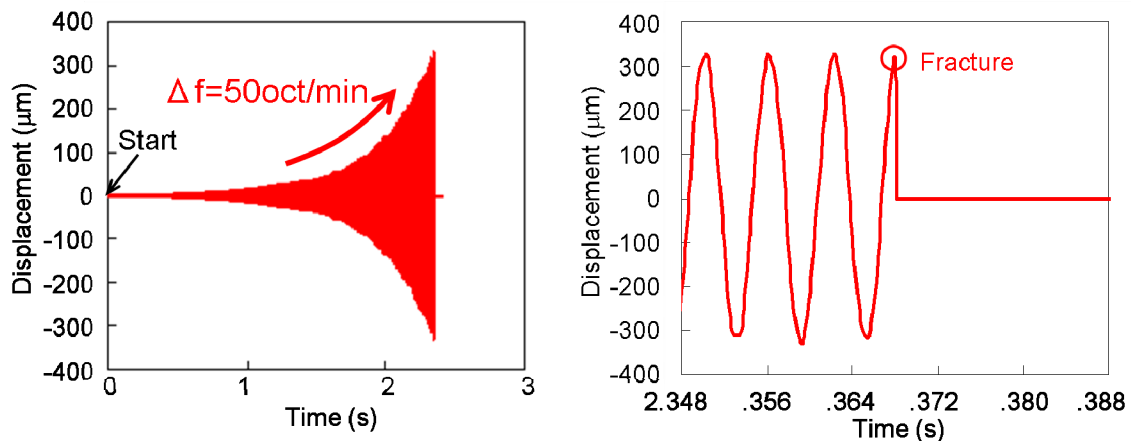


図 5-14 50 oct/min の掃引速度における相対変位と破壊時の変位波形

図 5-15 に 10 Hz/s の掃引速度で応力ランピング試験を行った場合の多結晶シリコン膜の破壊強度を示す。平均破壊強度と標準偏差は、膜厚が 250 nm において  $2.59 \pm 0.17$  GPa、膜厚が 500 nm において  $2.28 \pm 0.28$  GPa であった。このようにして算出した破壊強度が多結晶シリコンのものであるかどうかを判断するためには、破壊起点の特定が必要である。図 5-16(a)と (b)に破壊試験前後の試験片の光学顕微鏡像をそれぞれ示す。メンブレンは、破壊後には粉々に離散してしまうが、破壊起点は右側の支持枠上での中点であると推察された。その理由は、この部分を拡大すると (図 5-16(b)右)、支持枠とメンブレンでの境界上で V 字形状に薄膜が破断し、支持枠上にはのみメンブレンが残っている様子が観察されたためである。また、FEM 解析ではこの部位が最大ミーゼス応力であった。一方、最大ミーゼス応力となる他の 3 辺の中点付近では破断の痕跡がなく、メンブレンの中央部付近で分断されていた。このため、右側支持枠中央付近を破壊の起点と確認し、SEM で詳細に観察した結果を図 5-16(c)に示す。亀裂は膜厚方向に対して、多結晶シリコンでは垂直方向に、 $\text{SiO}_2$  と  $\text{Si}_x\text{N}_y$  では斜め方

向に貫通して Si 基板上に到達した後、これが V 字の底となりウェハ面内方向に V 字形状に亀裂が広がると共に、 $\text{Si}_x\text{N}_y$  と Si 基板の界面を伝播し、シリコン基板の表面を露出させた。それゆえ破壊起点は多結晶シリコン薄膜の表面であると確認され、図 5-15 は多結晶シリコン薄膜表面における膜厚方向に対する破壊強度を示していることを確認した。

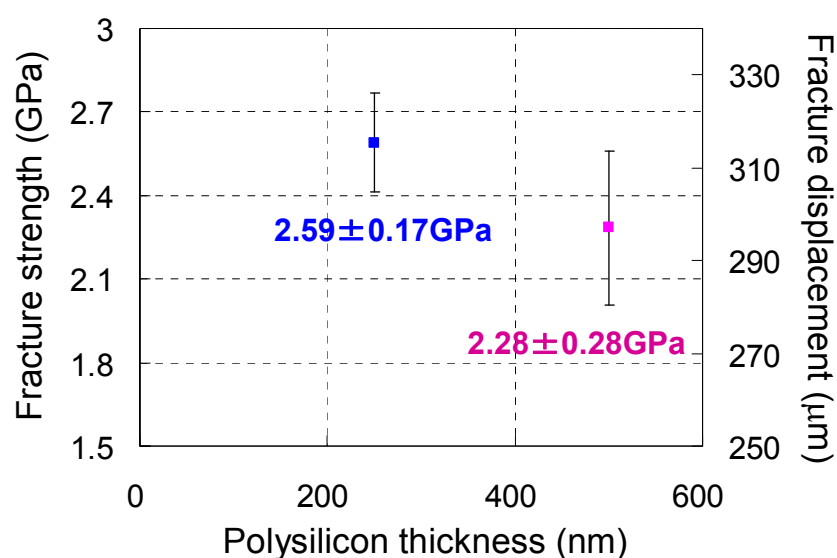


図 5-15 多結晶シリコンの破壊強度の膜厚依存性；エラーバーは標準偏差を示す

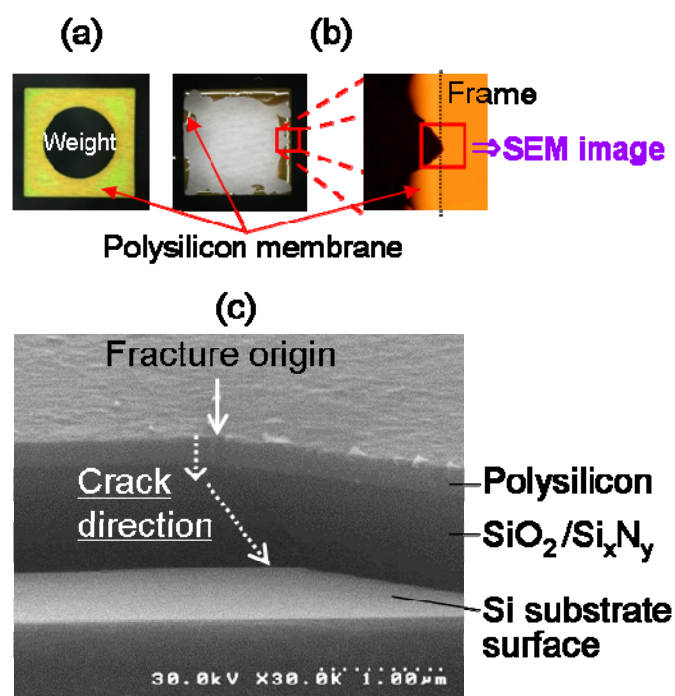


図 5-16 (a)破壊前の試験片 (b)破壊後の試験片及び破壊起点の拡大図  
(c)破壊起点の SEM 像



2種類の膜厚に対して得られた破壊強度を式(4-2)にフィッティングした結果を図 5-17 に示す。測定した破壊強度と累積破壊確率の結果はフィッティングカーブとよく一致し、本実験の測定結果はワイブル統計で評価可能である。試験を行った試験片の個数とワイブル係数  $m$ 、規格化応力  $\sigma_0$  を併せて、表 5-4 に示す。

次に、50 oct/min の掃引速度で急激に振動数を増大させた場合の強度評価結果を図 5-18 に、フィッティングより算出したワイブル係数と規格化応力を表 5-5 に示す。掃引速度を増加させた場合でも、フィッティング結果は良好であり、2種類の掃引速度で応力ランピング試験を行うことができた。

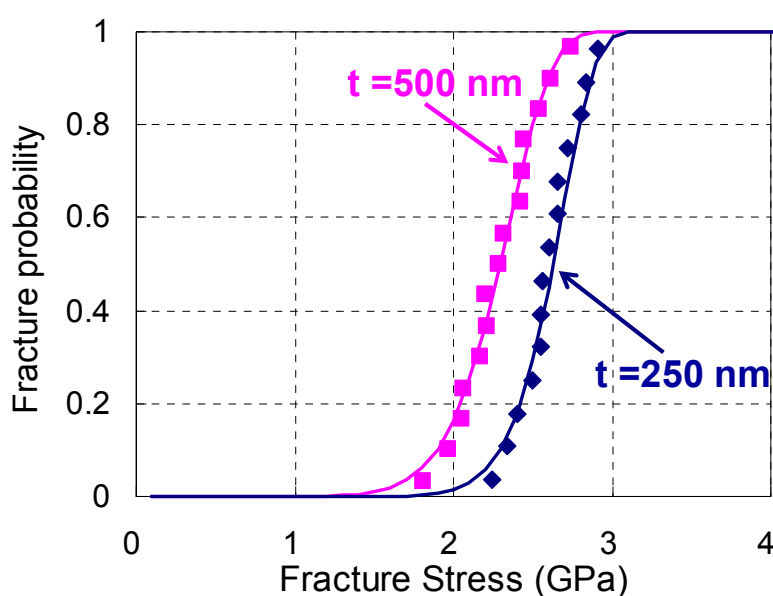


図 5-17 10 Hz/s の掃引速度で加振した時の破壊強度のワイブル統計

表 5-4 10 Hz/s の掃引速度で加振した時のワイブル係数と規格化応力

	sample A	sample B
Polysilicon thickness (nm)	250	500
Number of tested samples	14	15
Weibull modulus $m$	15.2	9.94
Stress scaling parameter $\sigma_0$ (GPa)	2.58	2.35

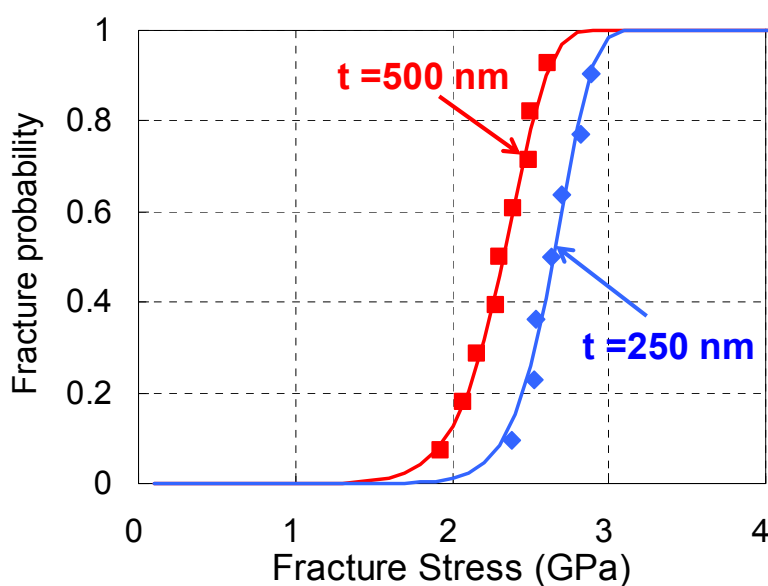


図 5-18 50 oct/min の掃引速度で加振した時の破壊強度のワイブル統計

表 5-5 50 oct/min の掃引速度で加振した時のワイブル係数と規格化応力

	sample A	sample B
Polysilicon thickness (nm)	250	500
Number of samples	7	9
Weibull modulus $m$	14.4	10.9
Stress scaling parameter $\sigma_0$ (GPa)	2.68	2.45

### 5.3.2 一定応力振幅疲労試験（室温）

温度を 25 °C で一定の場合の 3 種類の応力水準に対して、それぞれの湿度において疲労寿命を測定し、S-N 図にしたものを図 5-19 に示す。右矢印を伴ったプロットは  $2 \times 10^9$  回以上の繰返し応力でも破壊しなかった試験片を意味している。全ての S-N 図に共通することとして、印加応力が低下すると疲労寿命は長くなった。規格化応力  $\sigma_0$  の 90% の応力振幅を印加した場合、疲労寿命が最も短くなることはもちろんであるが、相対湿度に対する依存性が小さかった。これは、応力ランピング試験の場合と同様に、低サイクルでの疲労寿命は、薄膜の表面粗さに起因した破壊が起こるため、湿度の影響を受けにくいことを示している。規格化応力  $\sigma_0$  の 70%, 80% においては、相対湿度が低下するにつれ、同じ応力振幅に対して疲労寿命が長くなった。35%RH 以上の S-N 図に着目すると、同条件の疲労試験における疲労寿命ばらつきは約 1~2 桁に抑制されており、従来の評価結果[23][28]における 3 桁の疲労寿命ばらつきに対して 1 桁以上小さく、本手法の特長であるエッチングされた側面をもた

ないメンブレン構造を用いることによって、疲労寿命ばらつきを抑制できている。5%RHにおいては、非常に疲労が起こりにくい状態であるため、疲労寿命が延びると共に、ばらつきが増大している。これらの相対湿度や応力に対する定性的な傾向は他の研究者[25][28]によって報告済みであるが、明確な S-N 図における相対湿度と応力の依存性は、ばらつきを抑制できる本手法で初めて明らかにできた。

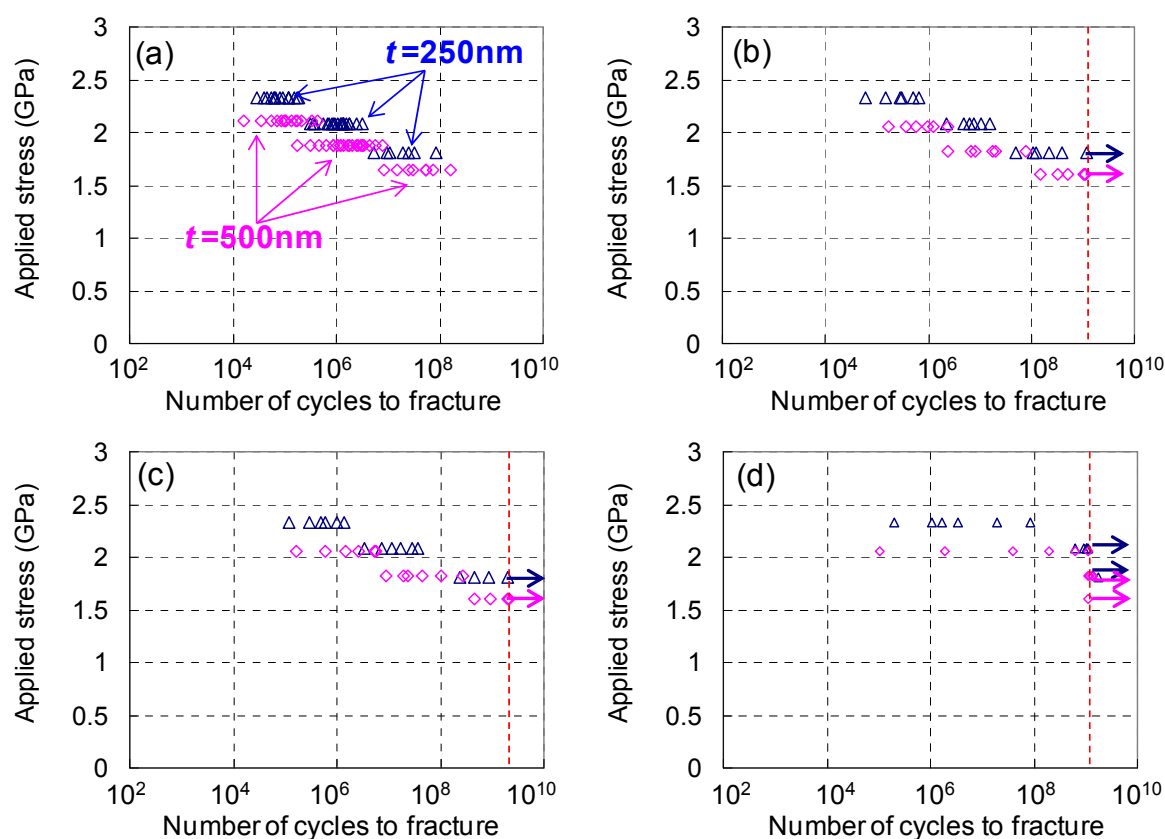


図 5-19 25 °C における多結晶シリコン薄膜メンブレンの S-N 図

(a) 95%RH, (b)50%RH, (c)35%RH, (d)5%RH

### 5.3.3 高温試験

温度を変化させた場合の疲労寿命の相対湿度依存性を調べるため、95 °C で相対湿度を 5%RH, 35%RH, 50%RH, 70%RH の 4 種類で変化させて疲労試験を行った結果について述べる。温度を上昇させることで、飽和水蒸気量が増大するため、同じ相対湿度においても周囲雰囲気に含まれる水蒸気量が増大し、絶対湿度及び温度が疲労寿命に与える影響を評価できる。25 °C における疲労試験と同様に、3 種類の応力水準に対して、それぞれの相対湿度で疲労寿命を測定し、S-N 図にしたものを図 5-20 に示す。25 °C における S-N 図と同様に、応力が低下と相対湿度の低下により、疲労寿命は長くなった。また、疲労寿命ばらつきも 25 °C の結果と同程度であった。温度変化が寿命に与える影響については、95%RH におい

では明確な差異が見られなかったが、50%RH以下の相対湿度においては25℃の場合よりも $2 \times 10^9$ 回の繰返し応力で疲労破壊しない試験片の割合が減少しており、温度上昇により疲労寿命が低下した。

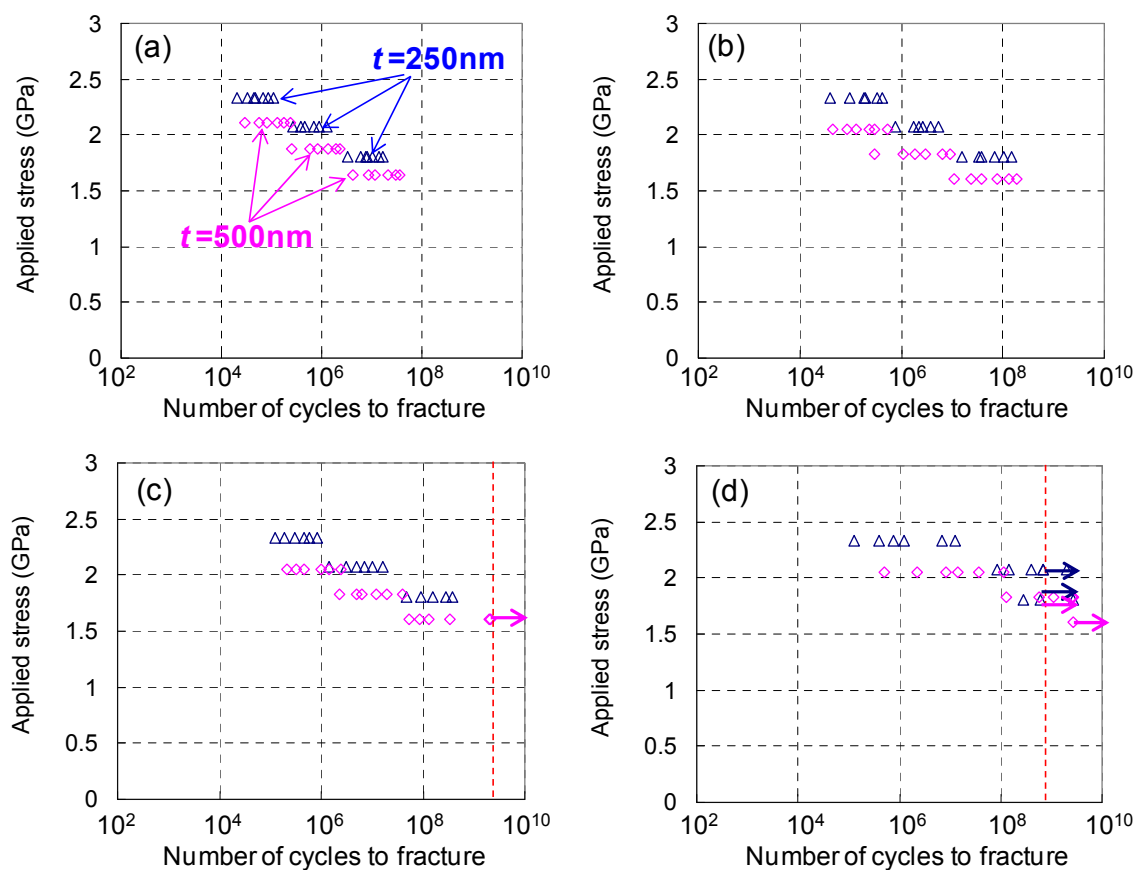


図 5-20 95℃における多結晶シリコン薄膜メンブレンの S-N 図

(b) 95%RH, (b)50%RH, (c)35%RH, (d)5%RH

#### 5.4 まとめ

マイクロマシニングプロセスを用いて「メンブレンの面外共振振動試験」のための試験片を作製し、その寸法は設計値通りであることを確認した。多結晶シリコン薄膜の膜厚は250 nmと500 nmの2通りであり、EBSDで評価した平均粒子径は、それぞれ210 nmと250 nmであった。この平均粒子径の差により、多結晶シリコン薄膜の平均表面粗さ $R_a$ は、それぞれ1.3 nmと2.0 nmであった。構築した評価系の変位測定精度は1  $\mu\text{m}$ 程度であり、数百  $\mu\text{m}$ で振動する錘部の変位測定には十分な精度であることを確認した。試験片の共振振動数は設計値と同程度であった一方、 $Q$ 値は解析と実際の実験系との構造の差異により誤差が見られたが、疲労試験の実施には影響のない程度であった。応力ランピング試験を実施し、ワイブル統計で処理した結果、疲労試験時の応力振幅の基準となる規格化応力は250 nmの膜厚に対して2.65 GPa、500 nmの膜厚に対して2.35 GPaであった。疲労試験ではS-Nプロットを室温(25  $^{\circ}\text{C}$ )と高温(95  $^{\circ}\text{C}$ )で測定した結果、応力と湿度、表面粗さの低下により疲労寿命が延びる一方、温度が上昇すると疲労寿命が短くなる傾向が確認された。

## 第6章 考察

本章では、前章までに示した試験の結果を踏まえ、本研究で得られた 3 つの主要な成果について考察する。第一に、応力ランピング試験によって評価された破壊強度が従来手法に比べてばらつきが小さく、新規に開発した試験手法が薄膜の本質的な強度を評価できることを示す。第二に、材料の表面粗さに起因して、薄膜表面に元々存在する初期亀裂が繰り返し応力によって、成長・進展していく疲労破壊モデルについて述べ、疲労試験結果を本モデルにフィッティングすることで、モデルの妥当性を示すと共に疲労特性を評価可能であることを示す。第三に、疲労寿命の湿度・温度依存性から疲労特性の支配パラメータを明確にし、疲労破壊面の観察と併せて、多結晶シリコンの破壊メカニズムを推察する。更に、初期破壊強度を見積もるため、応力ランピング試験の結果から疲労試験と同様の一定応力振幅を印加した場合の疲労寿命を見積もる。この結果を疲労試験結果の S-N 線図上へプロットし、破壊モデルにフィッティングすることで初期破壊強度を外挿により評価する。最後に得られた疲労特性を疲労破壊モデルに用いることで、多結晶シリコン薄膜構造体の疲労寿命予測と目標寿命を達成するための応力設計を行う。

### 6.1 疲労破壊モデル

シリコンは脆性材料であり、その強度にばらつきをもつため、4.2 節で述べたように破壊強度は式(4-2)で表されるワイブル統計に従う。

試験雰囲気や試験対象である薄膜の表面粗さが疲労寿命に与える影響を疲労特性として評価するための疲労破壊モデルを構築する。疲労寿命は上述したワイブル統計と繰り返し応力による亀裂進展を表現したパリス則[105]でモデリングされる。パリス則は、一回の応力印加あたりの亀裂寸法の進展量で定義される亀裂進展速度 $v$ を次式で表す。

$$v = \frac{da}{dN} = C \left( \frac{\Delta K_I}{K_{IC}} \right)^n \quad (6-1)$$

ここで、 $a$  は亀裂の寸法、 $N$  は繰り返し応力回数、 $C$  は定数、 $n$  は疲労指数、 $\Delta K_I$  は応力拡大係数、 $K_{IC}$  は破壊靱性値である。 $\Delta K_I / K_{IC} < 1$  であるため、疲労指数  $n$  が小さいほど亀裂進展速度  $v$  は大きくなる。亀裂先端での応力拡大係数  $\Delta K_I$  は次式で表される。

$$\Delta K_I = \beta \sigma \sqrt{\pi a} \quad (6-2)$$

ここで、 $\beta$  は亀裂形状に依存する係数である。

式(6-1)に式(6-2)を代入すると、次式を得る。

$$v = \frac{da}{dN} = C \left( \frac{\beta \sigma \sqrt{\pi a}}{K_{IC}} \right)^n \quad (6-3)$$

式(6-3)を初期亀裂寸法  $a_i$  から破壊が起こる臨界亀裂寸法  $a_c$  まで積分すると次式を得る。こ

れは、「一定の」応力振幅  $\sigma$  が  $N$  回繰返し印加され、亀裂寸法が  $a_c$  に到達し破壊した場合の初期亀裂寸法を表している。

$$a_i = \left( a_c^{\frac{2-n}{2}} + \frac{n-2}{2} C \left( \frac{\beta \sigma \sqrt{\pi}}{K_{IC}} \right)^n N \right)^{\frac{2}{2-n}} \quad (6-4)$$

材料強度にはワイブル統計でモデル化される強度ばらつきがあり、それは初期亀裂寸法のばらつきとして表現できる。式(4-2)に式(6-2)を代入すると、初期亀裂寸法に対して、繰返し応力により進展した任意の亀裂寸法  $a$  における累積破壊確率を記述できる。ここで、応力ランピング試験で定義する規格化応力  $\sigma_0$  と区別して、 $\sigma_i$  を初期破壊強度(静的破壊強度)と定義して、 $\sigma_0$  の代わりに用いる。

$$F = 1 - \exp \left( - \left( \frac{a}{a_i} \right)^{\frac{m}{2}} \right) \quad (6-5)$$

ここで、 $a_i = (K_{IC}/\beta \sigma_i)^2 / \pi$  は、初期亀裂寸法である。式(6-4)を式(6-5)に代入すると、繰返し応力による疲労破壊確率モデルが得られる。

$$\begin{aligned} F &= 1 - \exp \left( - \left( \frac{\sigma}{\sigma_i} \right)^m \left[ 1 + \frac{n-2}{2} C \left( \frac{\beta \sigma \sqrt{\pi}}{K_{IC}} \right)^2 N \right]^{\frac{m}{n-2}} \right) \\ &= 1 - \exp \left( - \left( \frac{\sigma}{\sigma_i} \right)^m \left[ 1 + \frac{n-2}{2} \alpha \sigma^2 N \right]^{\frac{m}{n-2}} \right) \end{aligned} \quad (6-6)$$

ここで、 $\alpha (= \pi C (\beta/K_{IC})^2)$  は定数である。疲労試験結果のワイブルプロットを式(6-6)にフィッティングすることで、疲労指数  $n$  とワイブル係数  $m$  及び定数  $\alpha$  を評価する。本モデルにおける疲労寿命のばらつきは、ワイブル係数にのみに依存し、他のパラメータは各実験条件(温度、湿度)において一定であるとする。

任意応力における疲労寿命予測には、S-N 線図が有効である。式(6-2)と式(6-4)から、一定応力振幅  $\sigma$  に対する疲労寿命  $N_c$  を  $a_i/C$  と  $\sigma_i$  をパラメータとして得られる[106]。

$$N_c - 1 = \frac{a_i}{C} \frac{2}{2-n} \left( \frac{\sigma}{\sigma_i} \right)^{-2} \left[ 1 - \left( \frac{\sigma}{\sigma_i} \right)^{2-n} \right] \quad (6-7)$$

実験により得られた S-N プロットを式(6-7)にフィッティングすることで、初期破壊強度  $\sigma_i$  と初期亀裂寸法  $a_i$  を評価する。

## 6.2 ランピング破壊強度

### 6.2.1 統計解析

応力ランピング試験の結果をワイブルプロットし、フィッティングにより規格化応力とワイブル係数を評価した結果は5.3.1で示した。ここでは、メンブレンの面外共振試験法を用いた場合のワイブル係数が、従来の先行研究で用いられてきた梁形状の評価結果より大きいことを確認し、本手法の利点である強度ばらつきの抑制が実現されていることを確認する。Tsuchiya ら[15]の報告する直線梁形状を試験片とした引張試験の場合のワイブル係数( $m=5.3\sim6.9$ )と比較するため、 $m=6$ ,  $\sigma_0 = 2.2\text{GPa}$ のワイブル統計と重ねて図6-1に示す。一般的にシリコンのような脆性材料の破壊強度は、発生応力が最大で破壊起点となる可能性のある試験片部分の体積または表面積が増大するにつれ、その絶対値とばらつきは共に低下する[59]。従来の直線梁の幅と膜厚は数  $\mu\text{m}$ 、長さは数十～数百  $\mu\text{m}$  である一方、本手法のメンブレンの破壊強度は、数百  $\text{nm}$  の結晶粒で構成される表面粗さに起因した応力集中係数で決まるため、高々数  $\mu\text{m}$  の最大応力発生点から支持枠に沿った高応力が発生する領域が破壊起点と成り得る。そのため、本手法の方が破壊起点となる表面積は小さく、寸法効果は、ばらつきを大きくする方向に働く。従って、本手法で得られたワイブル係数の値が従来の直線梁のそれより高いことは、薄膜の強度を小さなばらつきで評価できていることを示している。また、パターンニングによる加工表面粗さや薄膜の表面粗さによる応力集中の影響が最も小さい時の最大破壊強度が一致していることから、メンブレンの面外共振振動試験は、積層メンブレンの最表面である多結晶シリコン薄膜の表面粗さに起因した材料自体の強度をばらつきと共に正しく評価できることを示せた。

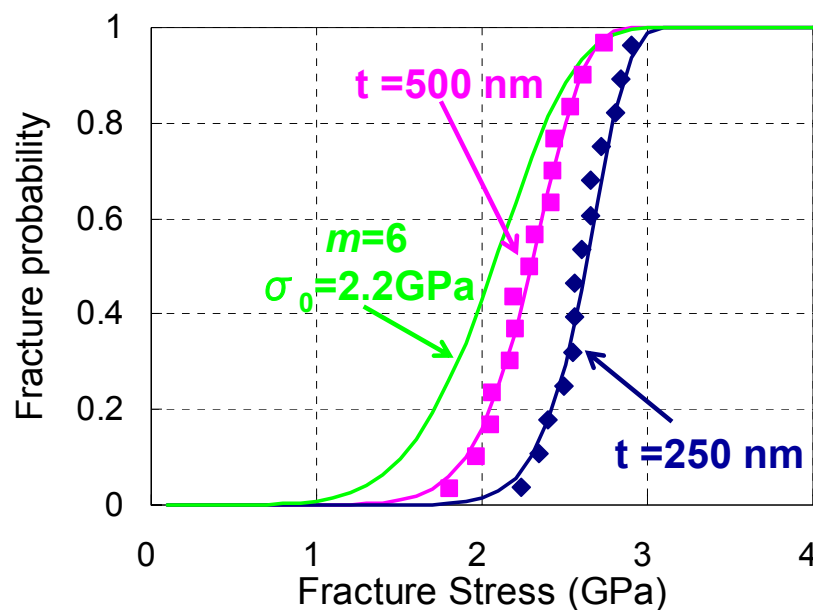


図 6-1 直線梁の引張試験による強度評価との比較



多結晶シリコンの膜厚が異なる 2 種類の試験片を比較すると、膜厚が厚いとワイブル係数も規格化応力も低下した。これは図 5-3 に示した AFM 像から推測されるように、多結晶シリコン薄膜の膜厚が厚いほど、平均表面粗さ  $R_a$  や最大高低差  $R_{max}$  が大きくなることに起因する。最大ミーゼス応力が発生する領域付近に高低差が大きく、高い応力集中係数をもつ表面形状が存在する確率が高くなるため、平均破壊強度の低下とばらつきの増大が起こったと考えられる。さらに、数百 nm の平均粒子径によって形成される表面粗さによる応力集中係数の分布は、図 3-4 に示した  $\mu\text{m}\sim\text{mm}$  オーダーで変化する応力分布に対して局所的であるため、表面粗さが破壊強度の支配要因であり、応力分布が与える影響は小さい。

破壊強度の掃引速度依存性を図 6-2 に示す。50 oct/min の掃引速度の場合、膜厚に対する依存性やワイブル係数は 10 Hz/s の掃引速度の場合と同等であったが、規格化応力は両水準でわずかに上昇した。この理由の詳細は次節で考察するが、50 oct/min の掃引速度を用いた場合は、低サイクルの繰返し応力によって破壊するため疲労の影響がほとんどなく、破壊強度が向上したと推察する。

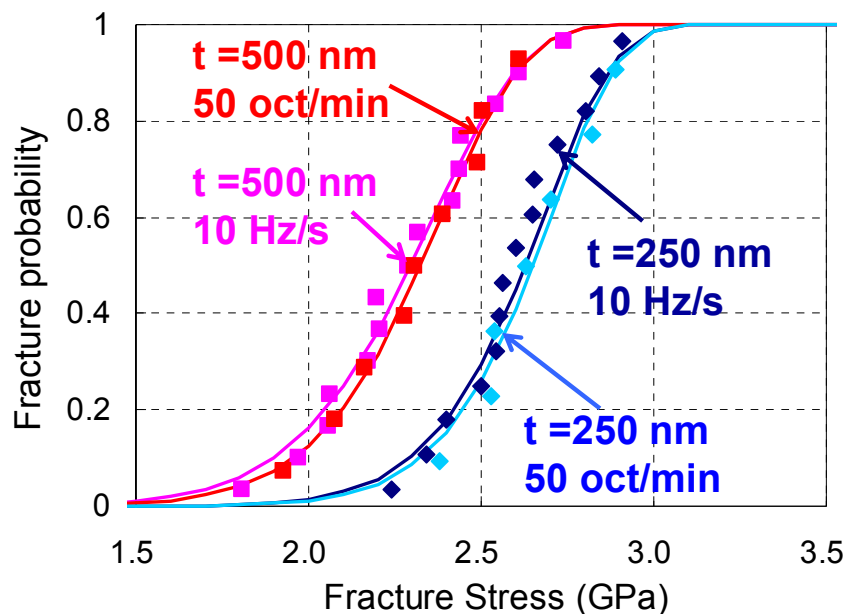


図 6-2 掃引速度が破壊強度に与える影響

### 6.2.2 疲労寿命の算出

疲労試験では、10 Hz/s の掃引速度で評価した応力ランピング試験による規格化応力を基準として疲労試験の応力条件を決定し、メンブレンが疲労破壊するまで一定応力振幅で振動させ続けることで疲労寿命を測定した。次に、得られた疲労寿命とメディアンランクで定義づけした累積破壊確率を式(6-6)にフィッティングすることで、疲労指数  $n$  とワイブル係数  $m$  および定数  $\alpha$  を評価する。ここで、式(6-6)に含まれる静的破壊強度  $\sigma_i$  も未知のパ

ラメータであるが、 $\sigma_i$  もフィッティングパラメータに加えると一様に収束させることができない。そのため、応力ランピング試験によって求めた規格化応力  $\sigma_0$  で代用してフィッティングを行う。

静的破壊強度  $\sigma_i$  を評価するためには、応力ランピング試験における、破壊応力に到達するまでの繰返し応力による疲労の影響を考慮することで、一定応力印加時の疲労寿命へ換算した結果を S-N 図に追加し、式(6-7)でフィッティングする。疲労寿命への換算は、応力ランピング試験における破壊までの繰返し回数  $N_c^{(r)}$  から一定応力における破壊までの繰返し回数  $N_c$  の関係式を用いる。応力振幅が 1 サイクルあたり  $\Delta\sigma$  (一定) で増加し、 $\sigma = N\Delta\sigma$  となる場合、パリス則を積分することにより得られる亀裂の進展を表す式は次のようになる[100]。

$$a_i^{(r)} = \left[ (a_c^{(r)})^{\frac{2-n}{2}} + \frac{n-2}{2(n+1)} C \left( \frac{\beta\sigma^{(r)}\sqrt{\pi}}{K_{IC}} \right)^n \frac{\sigma}{\Delta\sigma} \right]^{\frac{2}{2-n}} \quad (6-8)$$

ここで、 $\sigma$  は  $N_c^{(r)}$  回後に  $\sigma^{(r)}$  に到達し、応力ランピング試験で破壊が起こる。この式は、応力振幅が一定の場合の亀裂の進展を表した式(6-4)と対応する。応力ランピングが増大した場合の疲労寿命  $N_c^{(r)}$  と応力の関係は式(6-9)で表される。

$$N_c^{(r)} - \frac{1}{[N_c^{(r)}]^n} = \frac{a_0}{C} \frac{2(n+1)}{2-n} \left( \frac{\sigma^{(r)}}{\sigma_i} \right)^{-2} \left[ 1 - \left( \frac{\sigma^{(r)}}{\sigma_i} \right)^{2-n} \right] \quad (6-9)$$

式(6-7)と式(6-9)を比較し、 $\sigma^{(r)} = \sigma$ 、 $N_c^{(r)} \gg 1$ 、 $n \gg 1$  を仮定すると、式(6-10)の関係で応力ランピング試験における疲労寿命  $N_c^{(r)}$  は、一定応力の疲労試験における疲労寿命  $N_c$  に換算できる。

$$N_c = N_c^{(r)} / (n+1) \quad (6-10)$$

2種類の掃引速度と膜厚に対して得られた応力ランピング試験の結果を S-N 図に表したものを図 6-3 に示す。ここで、破壊までの繰返し応力回数  $N_c^{(r)}$  は振動試験器内蔵の加速度計でカウントしており、疲労指数  $n$  は 25°C 50%RH における文献値[41] ( $n=19.7$ )を用いた。低サイクルの繰返し応力回数では、疲労の影響が少なく破壊応力がほぼ一定となっている。一般的な金属の S-N 線図は、全領域に渡って印加応力の低下に伴って、疲労寿命が延びることが知られている[107]。しかし、多結晶シリコンの疲労試験では、疲労寿命の延長に対して疲労破壊に必要な印加応力がほとんど変化しない寿命領域( $N_c < 10^4$  回)が存在する。これは、繰返し応力に起因した亀裂の進展による疲労の影響は小さく、初期亀裂寸法に対する応力拡大係数が破壊靱性値を超えることで一気に脆性破壊が起こるためと考えられる。単結晶シリコン薄膜に対しても、同等の試験結果が Pierron ら[108]の低サイクルにおける疲労試験からも得られており、4 kHz の駆動周波数で試験を行った結果、 $10^4$  回以上の疲労寿命となる領域から印加応力が低下し始めることが報告されている。このような低サイクル領域に

おける破壊メカニズムは、脆性材料としてのシリコン材料の性質を表している。

以上のように、10 Hz/s と 50 oct/min の掃引速度の異なる2種類の試験条件で応力ランピング試験を実施し、破壊強度に到達する繰返し回数が大きく異なることを利用して、より早い振動数の掃引速度で応力ランピング試験を行うことで、静的破壊試験に近い低サイクルでの疲労寿命を評価できた。

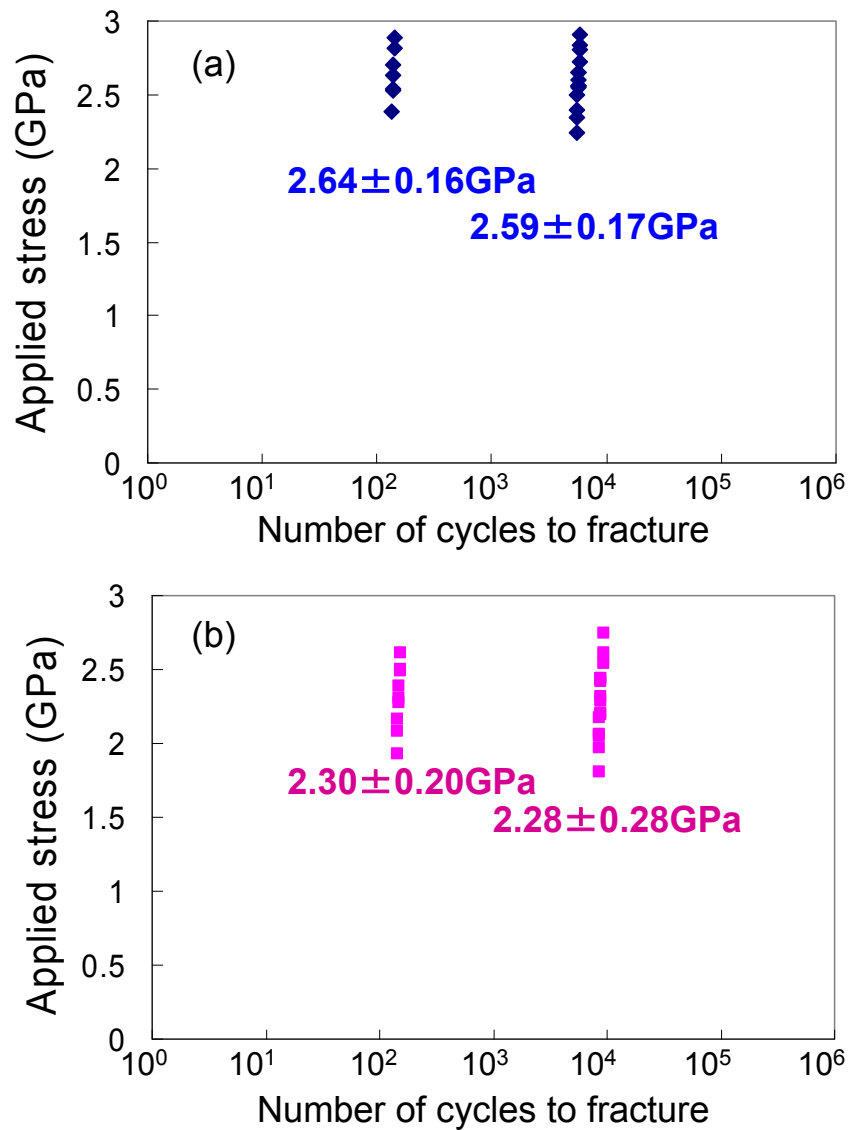


図 6-3 応力ランピング試験結果の S-N 図へのプロット結果(a)  $t=250\text{nm}$  (b)  $t=500\text{nm}$

### 6.3 一定応力振幅疲労強度

#### 6.3.1 疲労特性の表面粗さと湿度依存性

同一応力・環境条件で得られた疲労寿命を昇順に並べ替え、メディアンランクで累積破壊確率を定義した後、疲労寿命と累積破壊確率の関係を式(6-6)にフィッティングすることで、ワイブル係数  $m$  と疲労指数  $n$  を評価した。ここで、 $\sigma_i$  も同時にフィッティングパラメータに加えると、パラメータの自由度が高すぎるため、一意に収束させることができない。そこで、既知の応力ランピング試験における規格化応力  $\sigma_0$  を  $\sigma_i$  の代わりに用いてフィッティングを行うこととした。得られた疲労寿命と累積破壊確率を式(6-6)にフィッティングした結果を図 6-4 に示す。実験結果は提唱した疲労破壊モデルによく一致しており、モデルが妥当であることを示している。フィッティングパラメータであるワイブル係数と疲労指数の湿度依存性を図 6-5 に示す。ワイブル係数は Kamiya ら[27]の報告( $m=10.0 \sim 12.4$ )より大きな値であった。これは、メンブレン構造を試験片として用いた本手法により、応力ランピング試験における破壊強度のばらつきが低減されたのと同様に、疲労寿命のばらつきも従来手法よりも低減できたことを意味している。一方、疲労指数は、500 nm の膜厚において 95%RH で  $n=23.4$ , 50%RH で  $n=26.5$  であり、膜厚が 250 nm においても大きな差がないことが図 6-5 からわかる。Kamiya ら[109]は 80%RH 22 °C において  $n=26.9$ , Nagai ら[42]は室温において  $n=19.7$ , Muhlstein ら[31]は 30~50%RH 25 °C において  $n=26.7$ , Kahn[110]らは通常の実験室環境で  $n=27.8$  と報告しており、本手法と同程度の値であった。以上の考察より、本手法は、従来より小さな寿命ばらつきで疲労指数を正しく評価できることを確認した。

図 6-5 にワイブル係数と疲労指数の表面粗さ、(25 °C における)相対湿度依存性を示す。ワイブル係数は湿度に依存せず、疲労指数は相対湿度が低下すると大きくなる、つまり亀裂進展速度が遅くなることが示されている。疲労寿命のばらつきは、応力ランピング試験における強度のばらつきと同様にワイブル係数で表され、表面粗さが小さな膜厚の薄い多結晶シリコン薄膜ほどワイブル係数は大きくなる。一方で、ワイブル係数は湿度にほとんど影響を受けなかった。これは、薄膜の表面に元々存在する初期亀裂の寸法は、表面粗さによってのみ決まることを意味している。疲労指数は湿度低下と共に上昇し、特に 5%RH では著しく上昇した。これは、例えば規格化応力の 80%を印加した場合、35%RH の場合に比べて約 1000 倍の疲労寿命をもつことに相当する。一方で疲労指数は表面粗さに依存しないため、亀裂進展速度は主に周囲の湿度に依存する。これは、多くの研究者が報告しているのと同様に、疲労寿命の測定環境中の水蒸気がシリコンの疲労を加速させており、その寿命を縮めていることを意味している。湿度が亀裂の進展速度を高める決定的な理由は、これらの実験結果からは明らかにできないが、本研究で明確となった疲労指数の湿度依存性は、分子動力学 (Molecular Dynamics: MD) のようなシミュレーション[111][112]と組み合わせることで、疲労メカニズムの解明に貢献できる。

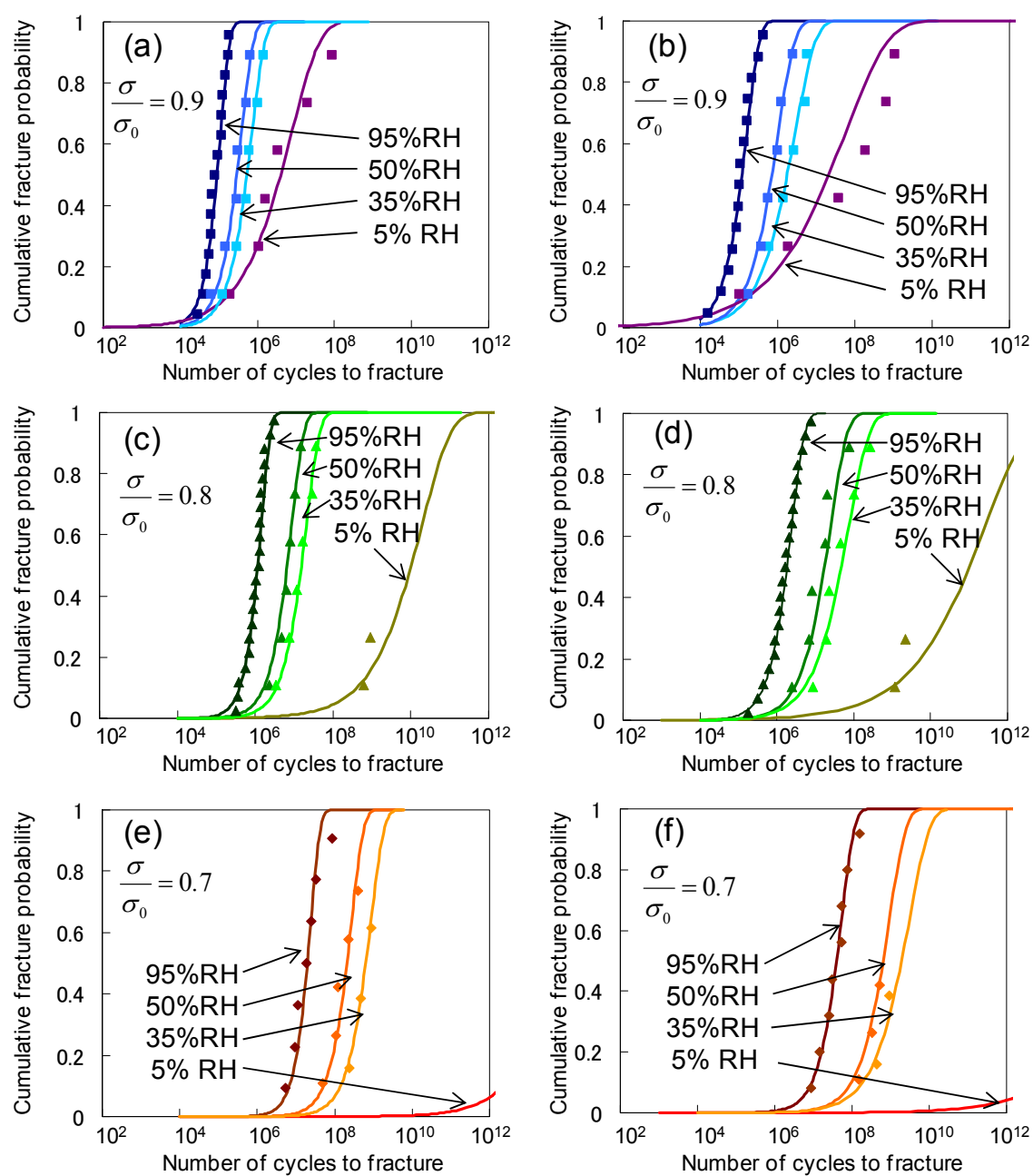


図 6-4 疲労寿命に対するワイブル統計(a)  $t=250$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.9$ , (b)  $t=500$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.9$ , (c)  $t=250$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.8$ , (d)  $t=500$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.8$ , (e)  $t=250$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.7$ , (f)  $t=500$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.7$

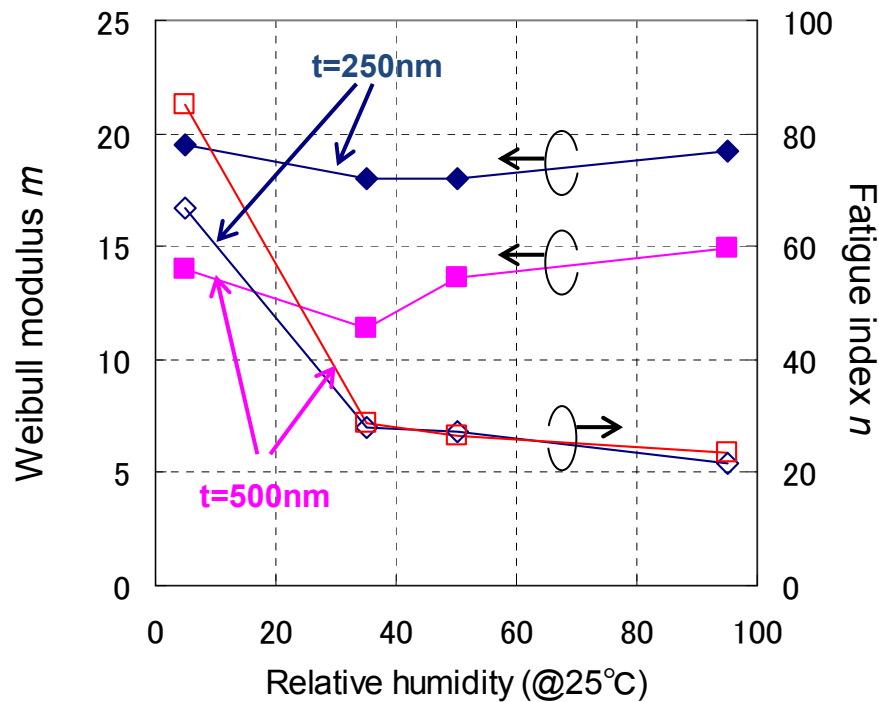


図 6-5 25 °C におけるワイブル係数と疲労指数の膜厚と相対湿度依存性

### 6.3.2 疲労特性の温度依存性

疲労寿命の湿度依存性に加えて、温度依存性を 95 °C における疲労試験結果を用いて考察する。25 °C の場合と同様に、メディアンランクで累積破壊確率を定義した後、疲労寿命と累積破壊確率の関係を式(6-6)にフィッティングすることで、ワイブル係数  $m$  と疲労指数  $n$  を評価した。フィッティング結果を図 6-6 に示す。全てのデータにおいて、実験結果とフィッティングカーブはよく一致し、25 °C に限らず 95 °C にも疲労破壊モデルが適応できることが示された。フィッティングにより得られたワイブル係数  $m$  と疲労指数  $n$  の膜厚と相対湿度依存性を図 6-7 に示す。ワイブル係数は、25°C の時と同様に相対湿度にほとんど依存せず、膜厚つまり表面粗さに依存して、疲労寿命ばらつきの表面粗さ依存性を表現する。一方で、疲労指数は膜厚つまり表面粗さに依存せず、亀裂の進展速度の相対湿度依存性を示している。

ワイブル係数と疲労指数の温度依存性を明らかにするために、表 6-1 の飽和水蒸気量の温度依存性を用いて、ワイブル係数と疲労指数の絶対湿度（飽和水蒸気量）に対する依存性をそれぞれ図 6-8 と図 6-9 に示す。ワイブル係数は絶対湿度に対しても依存性はほとんどなく、膜厚に依存していることがわかる。同一の膜厚に対して高温での測定においては、少しワイブル係数が低下している傾向が見られた。これは、環境温度が上昇したことによる評価系のばらつきが疲労寿命ばらつきに影響したと考えられる。疲労指数は 25 °C 95%RH と 95 °C 5%RH は絶対湿度では同等であるにも関わらず、疲労指数は 95 °C 5%RH の方が高

かった。これは、亀裂進展が絶対湿度より、むしろ相対湿度に依存していることを示している。つまり、周囲の空気中に含まれている絶対的な水蒸気量ではなく、飽和水蒸気量に対する水蒸気量の割合が疲労寿命を支配していると言える。一方で、25 °C と 95 °C における同一相対湿度での疲労指数を比較した場合、いずれの相対湿度においても 95 °C の方が低い疲労指数を示し、温度上昇の影響による疲労寿命の低下であると考えられる。

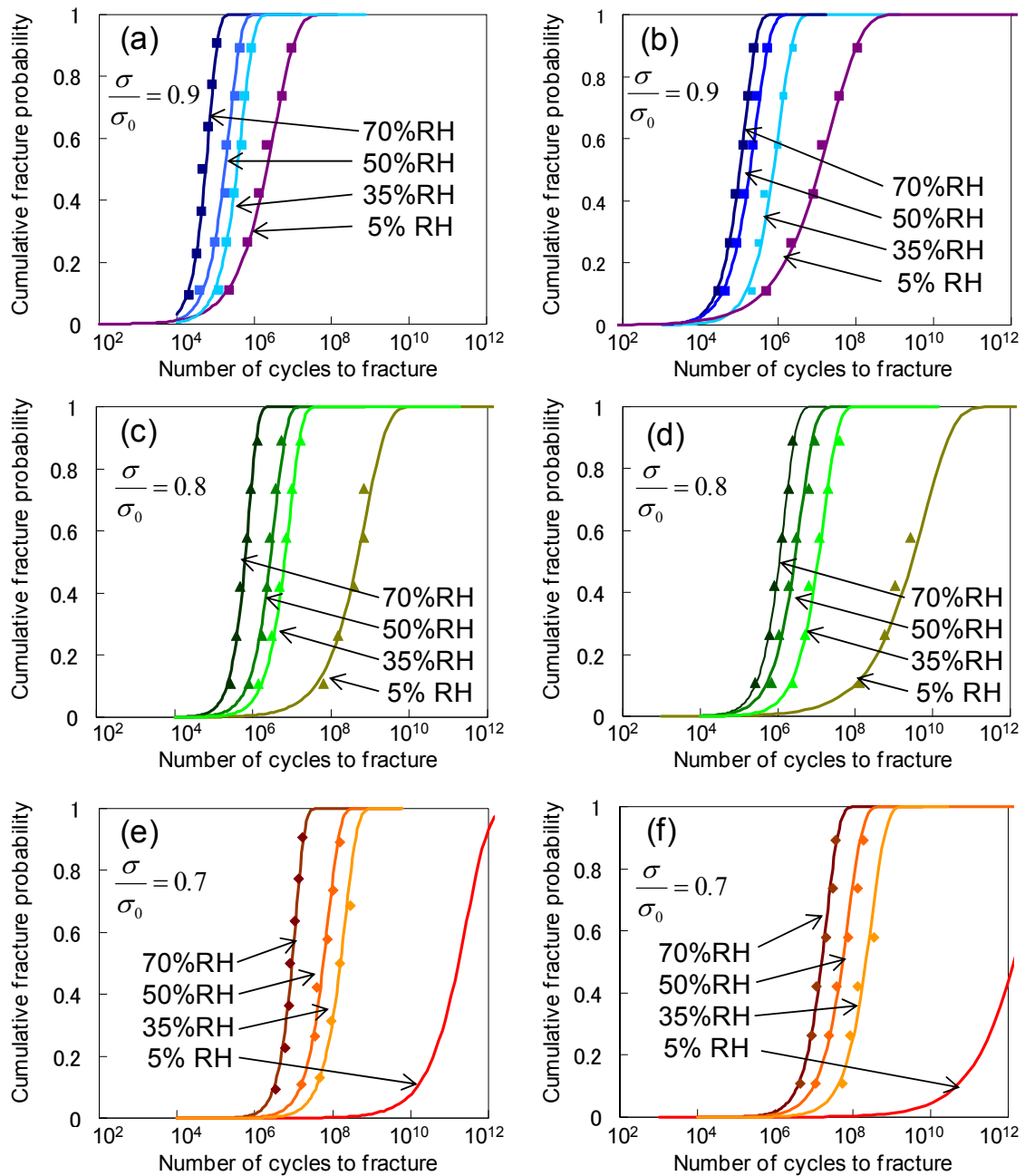


図 6-6 95 °C におけるワイブルプロット (a)  $t=250$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.9$ , (b)  $t=500$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.9$ , (c)  $t=250$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.8$ , (d)  $t=500$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.8$ , (e)  $t=250$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.7$ , (f)  $t=500$  nm,  $\sigma/\sigma_0=0.7$

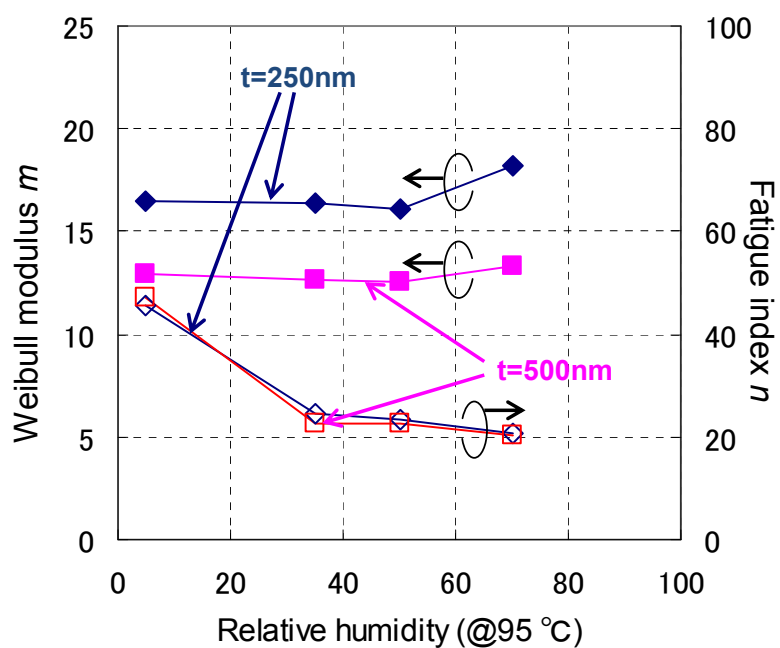


図 6-7 95 °C におけるワイブル係数と疲労指数

表 6-1 飽和水蒸気量表

飽和水蒸気表 (相対湿度 100%) (単位: g/m<sup>3</sup>)

	1°C単位における温度°C									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
90	418	433	449	465	481	498	515	532	551	569
80	291	302	313	325	337	350	363	376	390	404
70	197	205	213	222	231	240	250	259	270	280
60	130	135	141	147	154	160	167	174	182	189
50	82.8	86.7	90.8	95.0	95.5	104	109	114	119	124
40	51.1	53.7	56.4	59.3	62.2	65.3	68.5	71.9	75.4	79.0
30	30.3	32.0	33.7	35.6	37.6	39.6	41.7	43.9	46.2	48.6
20	17.2	18.3	19.4	20.6	21.8	23.0	24.4	25.8	27.2	28.7
10	9.39	10.0	10.7	11.3	12.1	12.8	13.6	14.5	15.4	16.3
0	4.85	5.19	5.56	5.94	6.36	6.79	7.26	7.75	8.27	8.81
-0	4.84	4.84	4.13	3.82	3.52	3.24	2.99	2.75	2.53	2.33
-10	2.14	1.96	1.80	1.65	1.51	1.39	1.27	1.16	1.06	0.967
-20	0.882	0.804	0.732	0.667	0.607	0.551	0.501	0.454	0.412	0.373
-30	0.338	0.305	0.276	0.249	0.225	0.203	0.183	0.164	0.148	0.133
-40	0.119	0.107	0.0955	0.0854	0.0763	0.0681	0.0608	0.0541	0.0482	0.0428
-50	0.0381	0.0338	0.0299	0.0265	0.0234	0.0207	0.0183	0.0161	0.0142	0.0125
-60	0.0109	0.00959	0.00840	0.00734	0.00642	0.00560	0.00488	0.00425	0.00369	0.00320
-70	0.00277	0.00240	0.00207	0.00179	0.00154	0.00133	0.00114	0.000977	0.000836	0.000715
-80	0.000610	0.000520	0.000442	0.000376	0.000318	0.000269	0.000228	0.000192	0.000162	0.000136
-90	0.000114	0.0000952	0.0000795	0.0000663	0.0000551	0.0000458	0.0000379	0.0000313	0.0000259	0.0000213



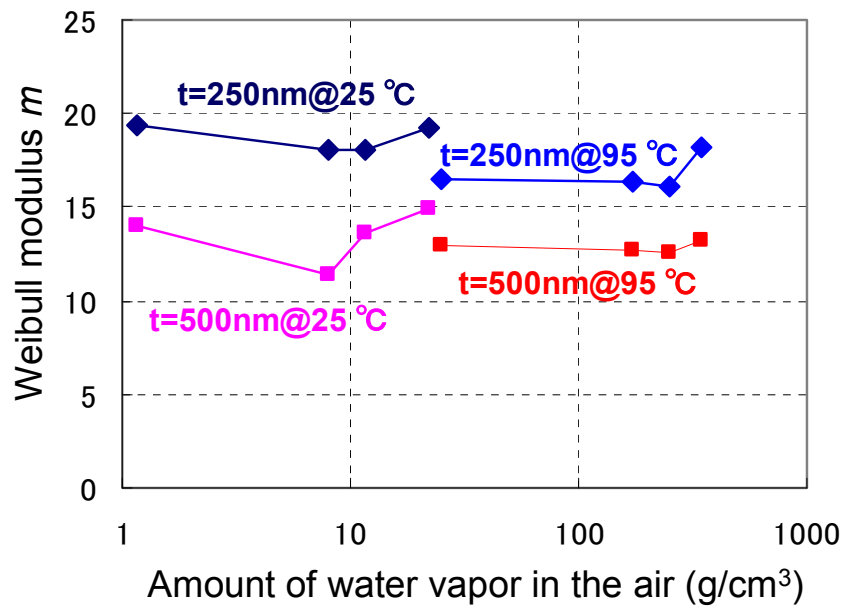


図 6-8 ワイブル係数の絶対湿度依存性

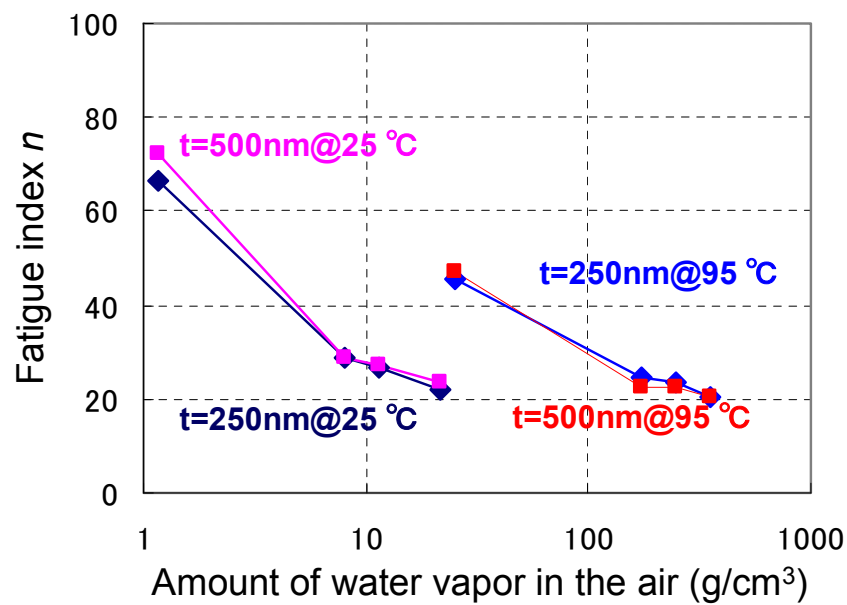


図 6-9 疲労指数の絶対湿度依存性

## 6.3.3 疲労破壊断面の観察

多結晶シリコンの疲労破壊メカニズムを推察するため、疲労試験後の破断した試験片を SEM, TEM, AFM によって、それぞれ観察した結果をそれぞれ述べる。

応力ランピング試験の場合と同様に、破壊起点周辺を SEM によって観察した結果を図 6-10 に示す。亀裂は多結晶シリコンを表面から貫通した後、 $\text{SiO}_2$  と  $\text{Si}_x\text{N}_y$  も貫通し、Si 基板上に到達している。その後、ここを起点として亀裂が V 字形状に平面的に広がると共に、 $\text{Si}_x\text{N}_y$  と Si 基板の界面を伝播し、シリコン基板の表面が露出されたと考えられる。しかしながら、SEM を用いたサブマイクロメートルオーダーの観察では、破壊起点周辺に疲労に起因した特異的な形状などは観察されなかった。

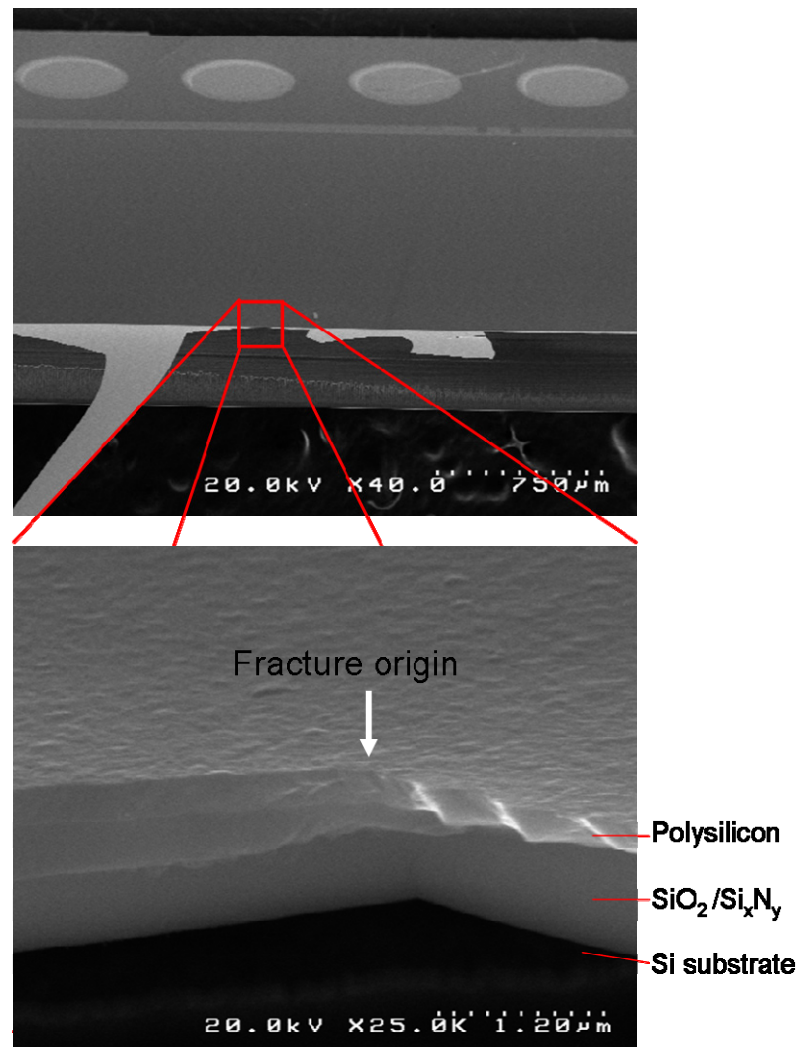


図 6-10 破壊試験後の SEM 観察像

次に TEM 観察結果について述べる。多結晶シリコンに転位が発生している場合は、Werner ら[113]が述べているように、線状のコントラストが観察されるはずである。TEM 観察においては、試料に電子線を透過させる必要があるため、試験片を集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)を用いて、高応力が繰返し印加された破壊起点周辺のみを切り出した後、 $\text{Si}_x\text{N}_y$  の全体と  $\text{SiO}_2$  を部分的に除去し、試料を薄片化した。多結晶シリコン薄膜に対して平面方向から TEM 観察を行った結果を図 6-11 に示す。最大ミーゼス応力が印加される多結晶シリコンの周辺の表面には曲線状のコントラストが多数見られたが、ほとんど応力が印加されないシリコン基板が存在する領域にも同様の模様が見られた。従って、これは繰返し応力による疲労に起因したコントラストではなく、結晶粒界のコントラストを観察したものであると考えられる。また、メンブレン部の多結晶シリコンのみが存在する領域で積層欠陥もしくは双晶(もしくはその両方)に起因すると考えられる線状のコントラストを有する結晶粒が見られた。この領域の制限視野電子線回折像を図 6-12 に示す。これは積層欠陥や双晶に起因するスポットであり、このような結晶粒も応力が印加されない領域においても観察された。従って、これは多結晶シリコンの成膜・結晶化処理中に発生したものであり、疲労の影響によるものではないと考えられる。以上のように、TEM 観察においては明確な繰返し荷重による疲労が結晶の微細構造に与える影響を観察することはできなかった。

最後に破壊起点周辺を AFM で観察した結果を図 6-13 に示す。図 6-13(a)は破壊起点周辺を観察した結果を示しており、左上方向にメンブレンの破断面が、右下方向にシリコン基板が存在する。メンブレン破断部から  $1.5\ \mu\text{m}$  程度基板方向に位置する青線で囲まれた部分には約  $1\ \mu\text{m}$  に渡って線状のコントラストが見られた。図 6-13 (b)にその部分の拡大図を示す。この部分の断面に対して凹凸を計測すると、深さ約  $10\ \text{nm}$  の亀裂であり(図 6-14)、試験前の表面プロファイル(図 5-3)の平均表面粗さ  $R_a$  と比べて 5 倍程度も大きく、Komai ら[114]の疲労試験後の単結晶シリコンの表面を AFM で評価した結果(図 6-15)と類似していた。そのため、これは疲労試験中の高い印加応力によって成長した亀裂である可能性が高いと考えられ、ナノメートルオーダーの非常に微小な凹凸であるため、AFM のみでしか観察されなかった。高応力が印加されないメンブレン部や Si 基板上の多結晶シリコンには、このような亀裂は確認されなかった。この結果により、本研究で採用している、繰返し応力による亀裂進展で疲労破壊が発生するモデルが妥当であることが示せた。しかしながら、この亀裂は Muhlstein らが提唱しているように空気中の水蒸気によって酸化膜が生成されたために生じたものか、Namazu らが提唱しているように転位による亀裂かは、本研究で得られた結果からでは判断することはできず、亀裂周辺の詳細な元素分析や結晶像観察を今後行っていく必要がある。

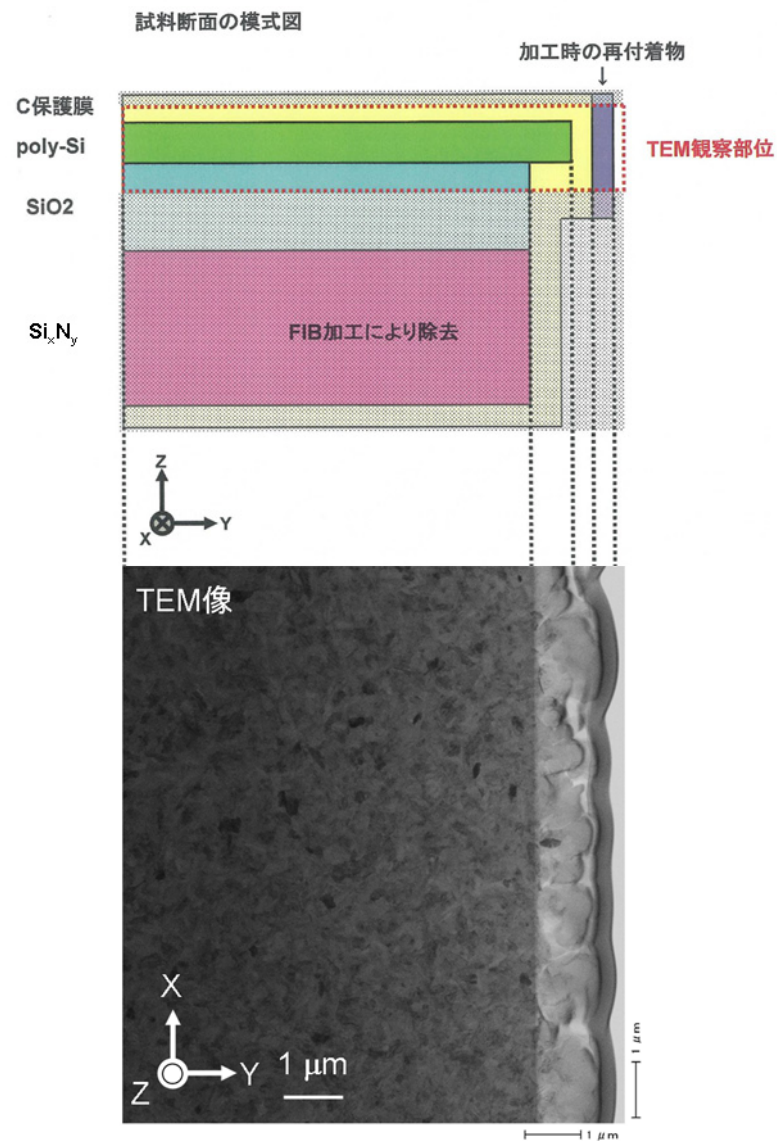


図 6-11 疲労試験後の試験片の TEM 観察結果

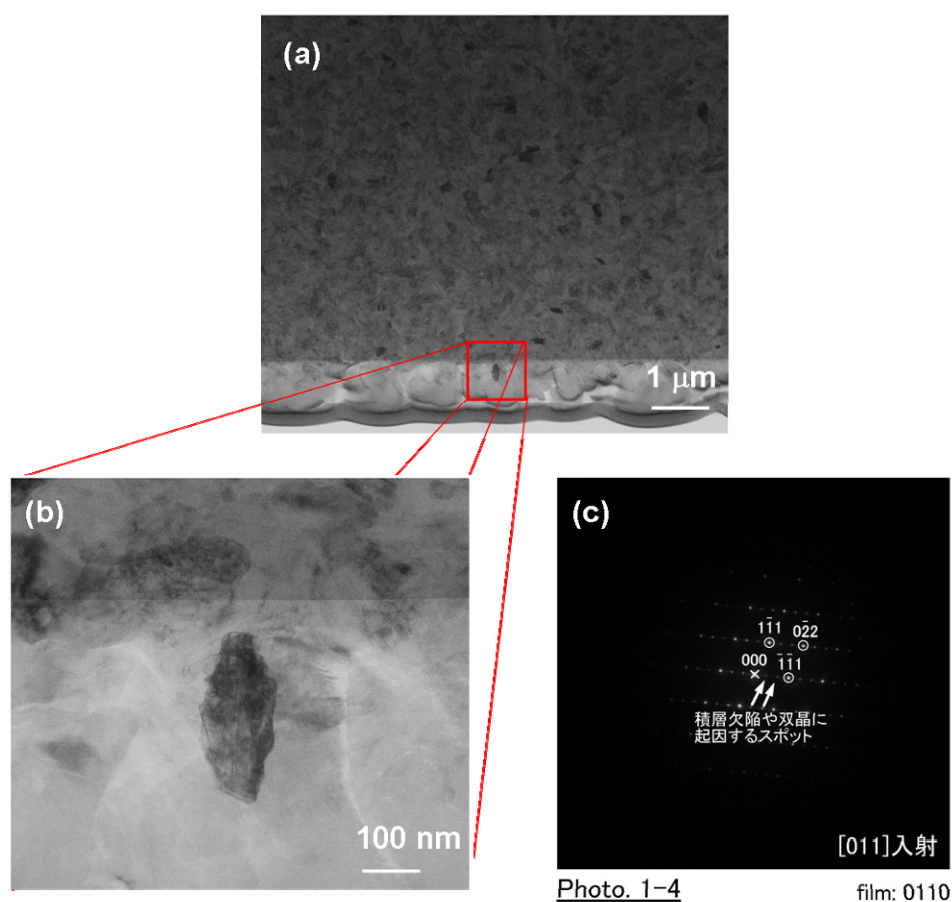


図 6-12 破壊起点周辺の(a)コントラストが異なる粒子(b)その拡大像  
(c)粒子中心の制限視野電子線回折像

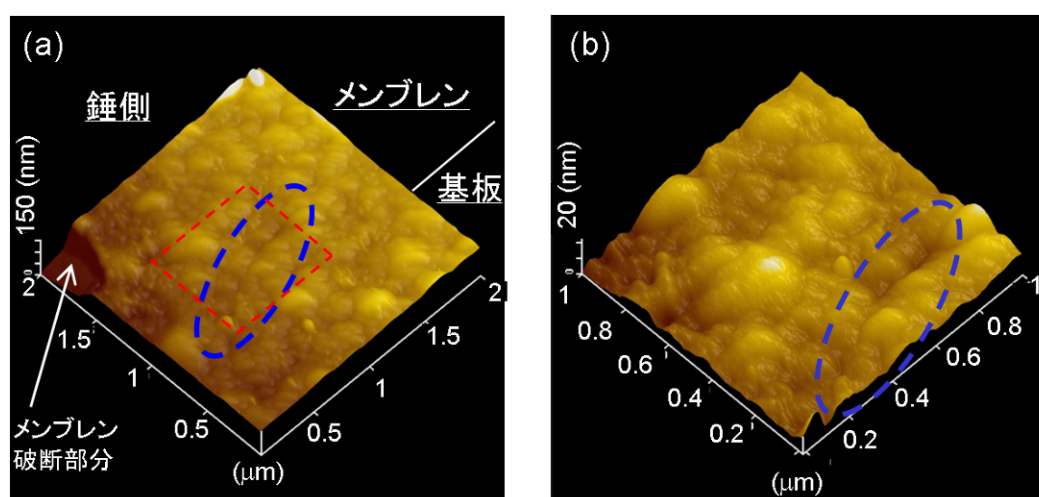


図 6-13 破壊起点周辺の AFM 像 青点線内は疲労に起因する亀裂  
(a)破壊起点周辺 (b)赤線部拡大

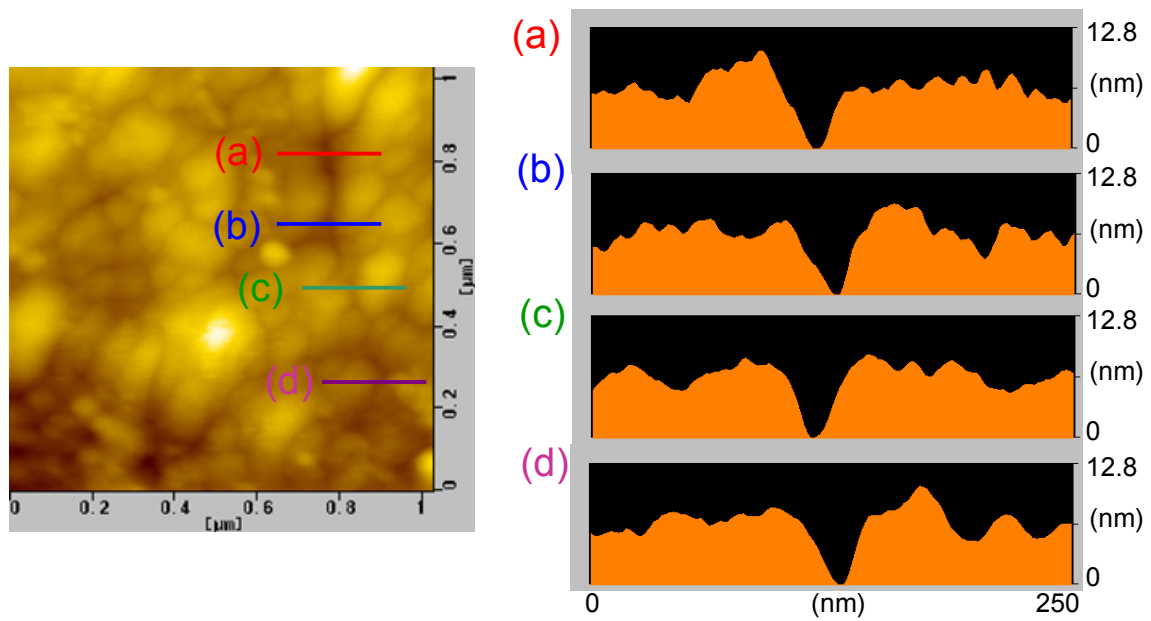


図 6-14 AFM による亀裂部分の断面プロファイル測定結果

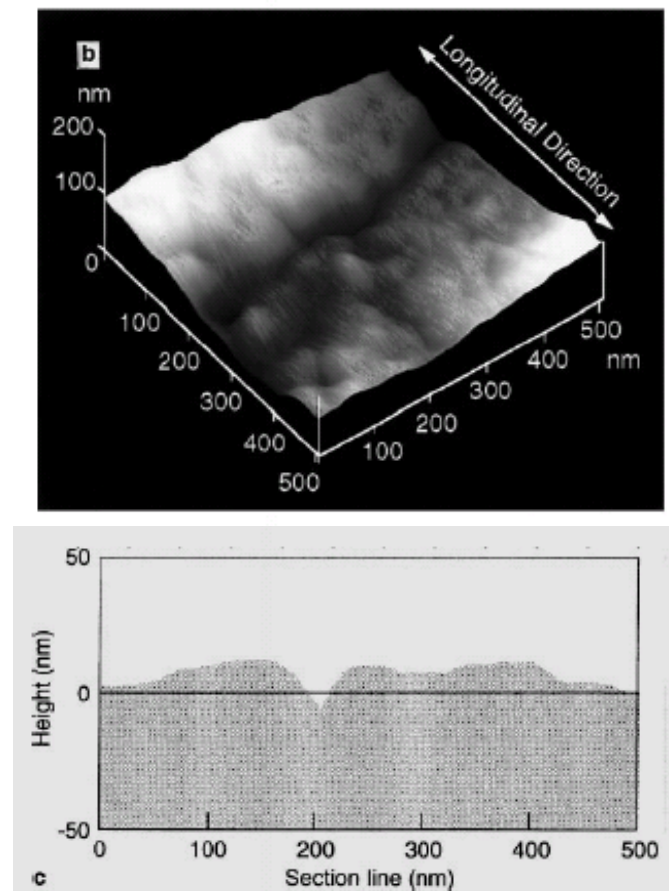


図 6-15 Komai らによる単結晶シリコンの転位線の AFM 観察結果

## 6.3.4 単結晶シリコンとの比較

得られた疲労指数  $n$  は、Ikehara ら[100]が報告している 23 °C 50%RH の環境で評価された切り欠き梁（半径 250  $\mu\text{m}$ , 厚さ 5  $\mu\text{m}$ ）の単結晶シリコンの値( $n = 19.6$ )に比べて大きな値であった。この理由を考察するため、臨界亀裂寸法  $a_c$  を式(6-2)を用いて、各応力条件において計算した結果を図 6-16 に示す。ここで、破壊靱性値  $K_{IC}$  は 580 °C で 3.5  $\mu\text{m}$  の膜厚に成膜した後 1000 °C で 1 時間熱処理した場合の  $K_{IC}=1.15 \text{ (MPa}\cdot\text{m}^{1/2})$  [115]を用い、亀裂の形状係数  $\beta$  は直線端部亀裂を仮定して  $\beta=1.12$  [116]とした。算出した臨界亀裂寸法は、AFM や EBSD で評価した平均粒子径と同程度であった。従って、多結晶シリコンと単結晶シリコンの疲労指数の差異は結晶粒界の影響と考えられる。つまり、単結晶内の亀裂はある一定の結晶面方位（シリコンの場合は(111)面）を伝播するが、多結晶シリコンに存在する結晶粒界では結晶面方位が変化するため、亀裂の伝播速度は粒界で抑制され、臨界亀裂寸法にまで進展するために必要な繰返し応力回数が多くなるため、疲労指数  $n$  は多結晶シリコンの方が単結晶シリコンの場合より高くなると説明される。一方、破壊強度は多結晶シリコンでは、薄膜表面において粒界に起因した応力集中が起こるため、単結晶シリコン[100]より相対的に低くなる。

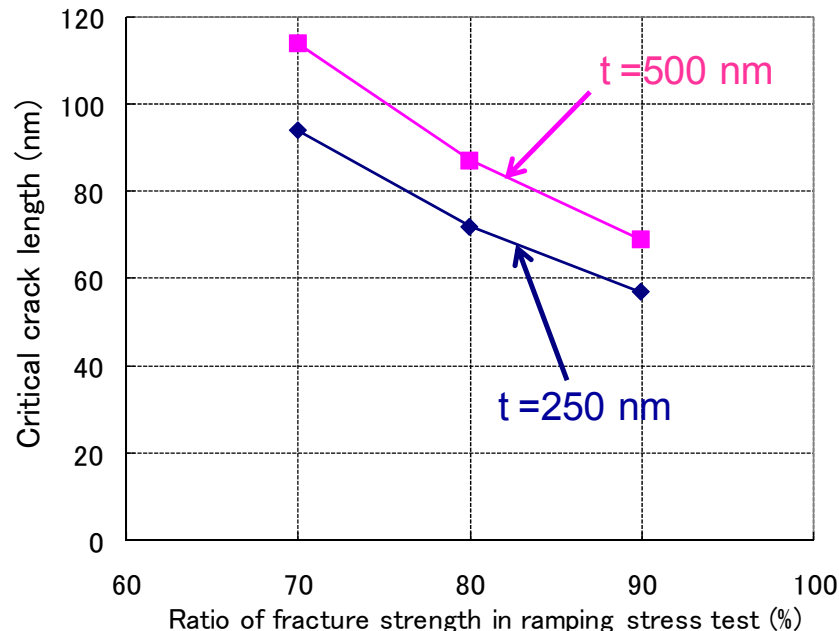


図 6-16 臨界亀裂寸法の応力依存性



## 6.4 初期破壊強度の見積もり

### 6.4.1 初期強度の推定

図 6-17 に応力ランピング試験と疲労試験における 50%破壊確率に対して式(6-7)でフィッティングした結果を示す。各々の湿度において、 $a_0/C$  と  $\sigma_i$  をフィッティングパラメータとした。フィッティングカーブは両方の膜厚において実験結果とよく一致しており、 $N=1$  の破壊強度で定義される初期破壊強度  $\sigma_i$  は両膜厚において湿度にほとんど依存せず一定であった。これは、低サイクルでの疲労試験では湿度は破壊強度に影響を与えないという報告[100]と一致する。また、規格化応力  $\sigma_0$  と初期破壊応力  $\sigma_i$  の差は 1%程度であり、これまで得られたワイブル係数や疲労指数は、本来のワイブル統計とパリス則を組み合わせた疲労破壊モデル式に  $\sigma_i$  を用いて算出してもほとんど影響がないことを意味している。一方、 $\sigma_i$  もパラメータに含んで式(6-6)でフィッティングを試みたが、カーブを一意に収束させることができなかった。これは、図 6-17 において応力ランピング試験の結果、特に掃引速度 10Hz/sec の結果が、S-N 線図の傾きが変化する領域にあるためで、初期値の推定には不十分なデータであることを意味している。

本実験では、10 Hz/sec と 50 oct/min の 2 種類の異なる掃引速度で応力ランピング試験を行った結果、その破壊強度がほぼ一定であったため、低サイクルにおける平坦な S-N カーブを精度よく求めることができた。特に、最も低サイクルである 50 oct/min の掃引速度結果により、高サイクルの一定応力を用いた疲労試験結果から低サイクルの応力ランピング試験結果への S-N カーブの傾きの変化を明確にできた。このような  $10^2$  から  $10^3$  回の疲労寿命の領域の S-N 線図の傾きは平坦であり、 $10^3$  回以上の疲労寿命に対しては傾きが変わり、応力の低下に応じて疲労寿命が長くなるのがシリコン材料の S-N 曲線の特長といえる。得られたフィッティングカーブを外挿することで算出した初期破壊強度は、膜厚 250 nm に対して 2.65 GPa、膜厚 500 nm に対して 2.41 GPa であり、初期破壊強度の 50%破壊応力は、応力ランピング試験結果より数%だけ大きな値となった。

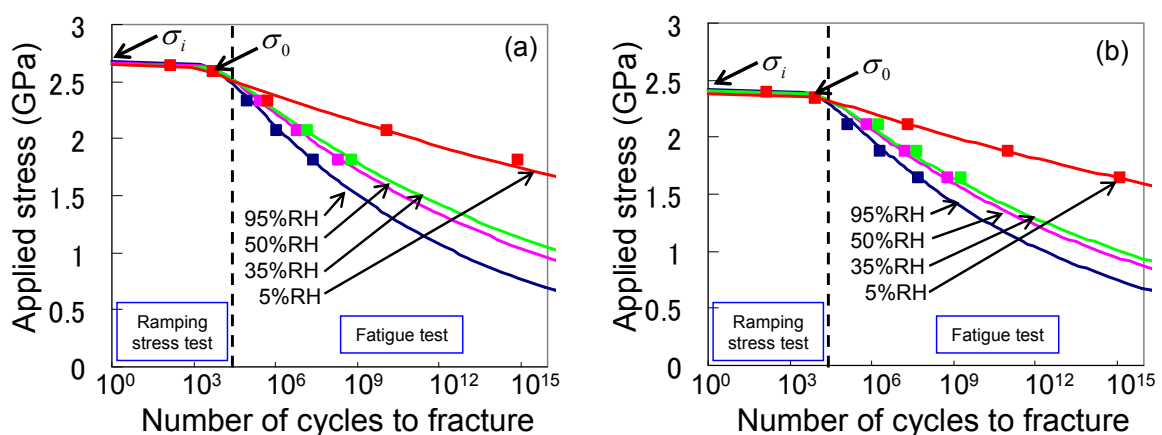


図 6-17 応力ランピング試験結果を含む S-N 図とフィッティング結果

(a)  $t=250$  nm (b)  $t=500$  nm



図 6-18 に 50%破壊確率に加えて、10%, 90%破壊確率のフィッティングカーブと全ての疲労試験結果を S-N 線図として示す。相対湿度が 5%RH の実験結果は、疲労破壊した試験片数が少ないため、一意にフィッティングカーブを決定できなかった。他の湿度においては、測定試験片数のそれぞれのフィッティングカーブが応力ランピング試験と疲労試験の結果を滑らかに接続している。これは、応力ランピング試験における破壊強度のばらつき（縦軸）と疲労試験における疲労寿命のばらつき（横軸）が同程度であることを意味する。膜厚 500 nm における初期破壊強度は、それぞれ 10%破壊応力に対して 2.10 GPa、50%破壊応力に対して 2.42 GPa、90%破壊応力に対して 2.78 GPa であった。また、疲労寿命のばらつき（確率分布）もワイブル統計を用いて予測可能であり、疲労指数やワイブル係数、初期破壊応力から、任意の応力振幅に対する疲労寿命とその破壊確率を算出することができる。

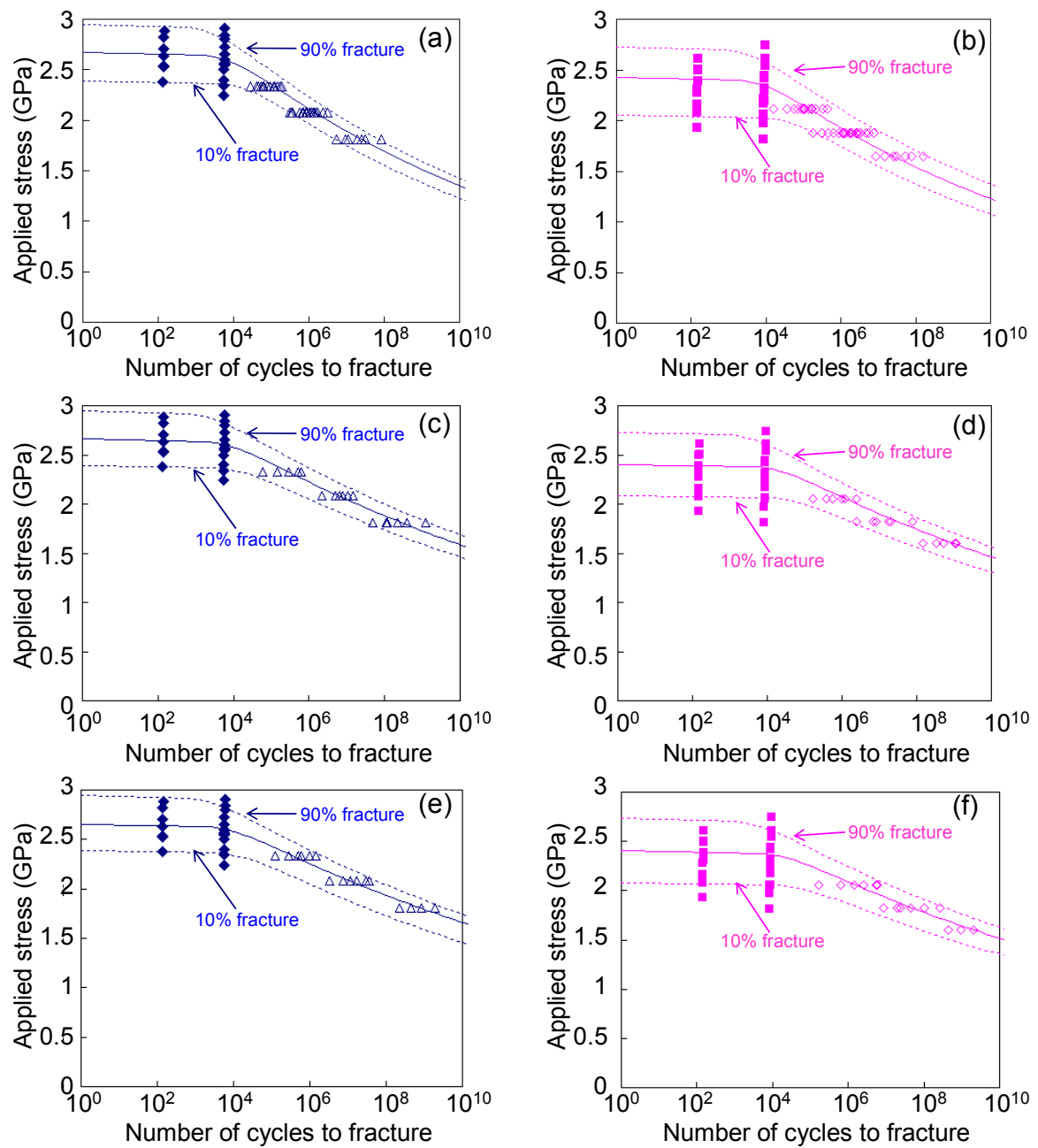


図 6-18 10%, 50%, 90%破壊確率に対するフィッティングカーブとその湿度依存性

(a) 250nm 95%RH, (b) 500nm 95%RH, (c) 250nm 50%RH,

(d) 500nm 50%RH, (e) 250nm 35%RH, (f) 500nm 35%RH.

## 6.4.2 亀裂寸法と亀裂進展速度

初期亀裂寸法  $a_0$  と  $\Delta K_I / K_{IC} = 0.8$  における初期亀裂進展速度  $v_0$  をそれぞれ式(6-2)と式(6-3)を用いて算出した結果を図 6-19 に示す。初期亀裂寸法は、膜厚 250 nm に対して約 40 nm、膜厚 500 nm に対して約 50nm であり、湿度とは無関係であった。これらの値は図 5-3 に示した AFM による試験前の多結晶シリコン表面の最大高低差とよく一致した。従って、結晶粒界による凹凸のうち、寸法が最大となる点で最大応力が発生し破壊起点となると考えられることができる。初期亀裂進展速度は低湿度になると急激に低下し、5%RH における初期亀裂進展速度は 95%RH の場合に比べて  $10^9$  分の 1 以下であった。それゆえ、5%RH では、破壊靱性値に近い応力拡大係数であっても、初期亀裂はほとんど進展することなく疲労寿命が長くなる。以上より、空気中の水蒸気を除去することが、高繰返し応力回数に対する多結晶シリコンの疲労寿命を確保する手段の一つであることが示された。

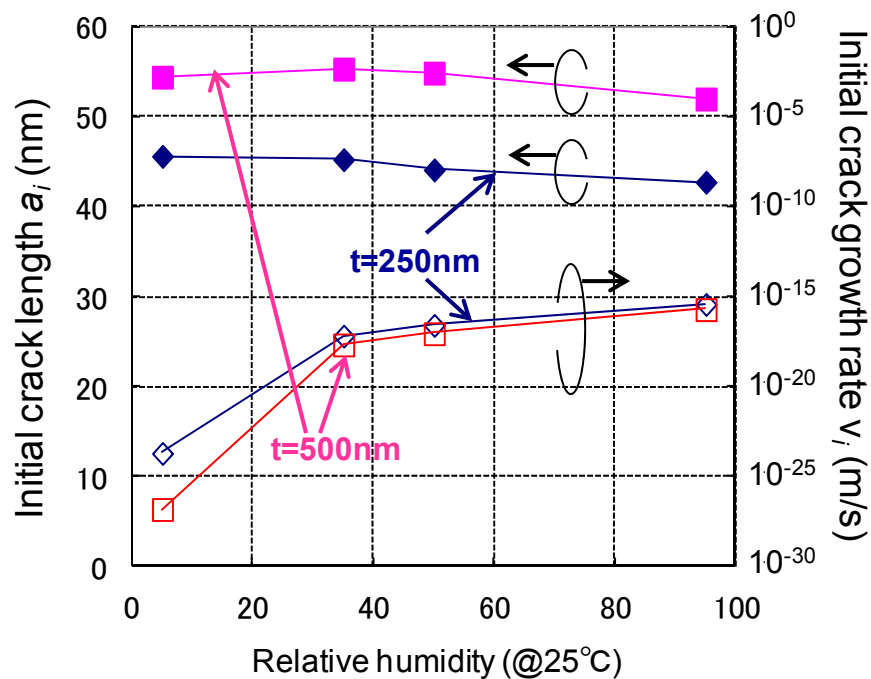


図 6-19 初期亀裂寸法と初期亀裂進展速度の湿度依存性

### 6.5 疲労寿命予測と応力設計

これまでに得られた疲労特性に関するパラメータを式(6-6)に適用することで、任意の応力振幅と繰返し回数における疲労破壊が起こる確率を算出できる。25℃において得られた4水準の湿度における疲労特性を用いて、最大発生応力を初期破壊強度の10%～90%まで20%おきに変化させた場合の破壊確率と繰返し回数の関係を図6-20に示す。この図を用いて、ある一定応力条件で使用されているデバイスの疲労寿命を予測する。膜厚が250nmの多結晶シリコン薄膜に対して初期破壊強度の70%がメンブレンに印加される最大応力である場合、破壊する確率が1%, 50%, 99%の疲労寿命の湿度依存性を図6-21に示す。95%RHにおいては亀裂進展速度が大きいため、 $1.2 \times 10^6$ 回で1%、 $1.3 \times 10^7$ 回で50%のデバイスが破壊する。50%RHまで周囲の湿度を低減することで、同応力に対して1%のデバイスが $5.9 \times 10^6$ 回で破壊し、50%のデバイスが $1.3 \times 10^8$ 回で破壊する予測結果となり、ばらつきが同程度で疲労寿命を10～20倍長くすることができる。更に5%RHまで湿度を低減することで、1%のデバイスは $1.3 \times 10^{10}$ 回で破壊し、50%のデバイスは $1.7 \times 10^{13}$ 回で破壊する。これは、湿度を低減することで、疲労寿命のばらつきは増大するが疲労寿命の平均値は、大きく延長できることを意味している。同様に、膜厚が500nmの場合の結果を図6-22に示す。相対湿度に対する依存性は膜厚が250nmの場合と同様であるが、ワイブル係数が小さく、疲労寿命ばらつきが大きいため、1%から99%の破壊確率の寿命範囲が広がった。その結果、高繰返し回数における疲労破壊確率の低減に対する湿度低減の効果が低くなった。そのため、湿度低下による疲労指数の増大だけでなく、ワイブル係数の増大が疲労寿命の確保に必要である。

実際にデバイスに印加される最大応力を設計する場合、規定の繰返し回数に対してどれだけの破壊確率を許容するかでデバイスに発生する最大応力を設計する場合が必要がある。例として、繰返し応力が $10^{10}$ 回印加されても1ppm( $=10^{-6}$ )しか破壊しない構造を設計する場合を考える。このような条件を許容できる最大発生応力の25℃における相対湿度依存性を図6-23に示す。相対湿度を95%RHから5%RHに低減することで、最大許容応力を規格化応力の36%から54%まで増大させることが可能となり、MEMSデバイスの応力設計に余裕をもたせることができる。

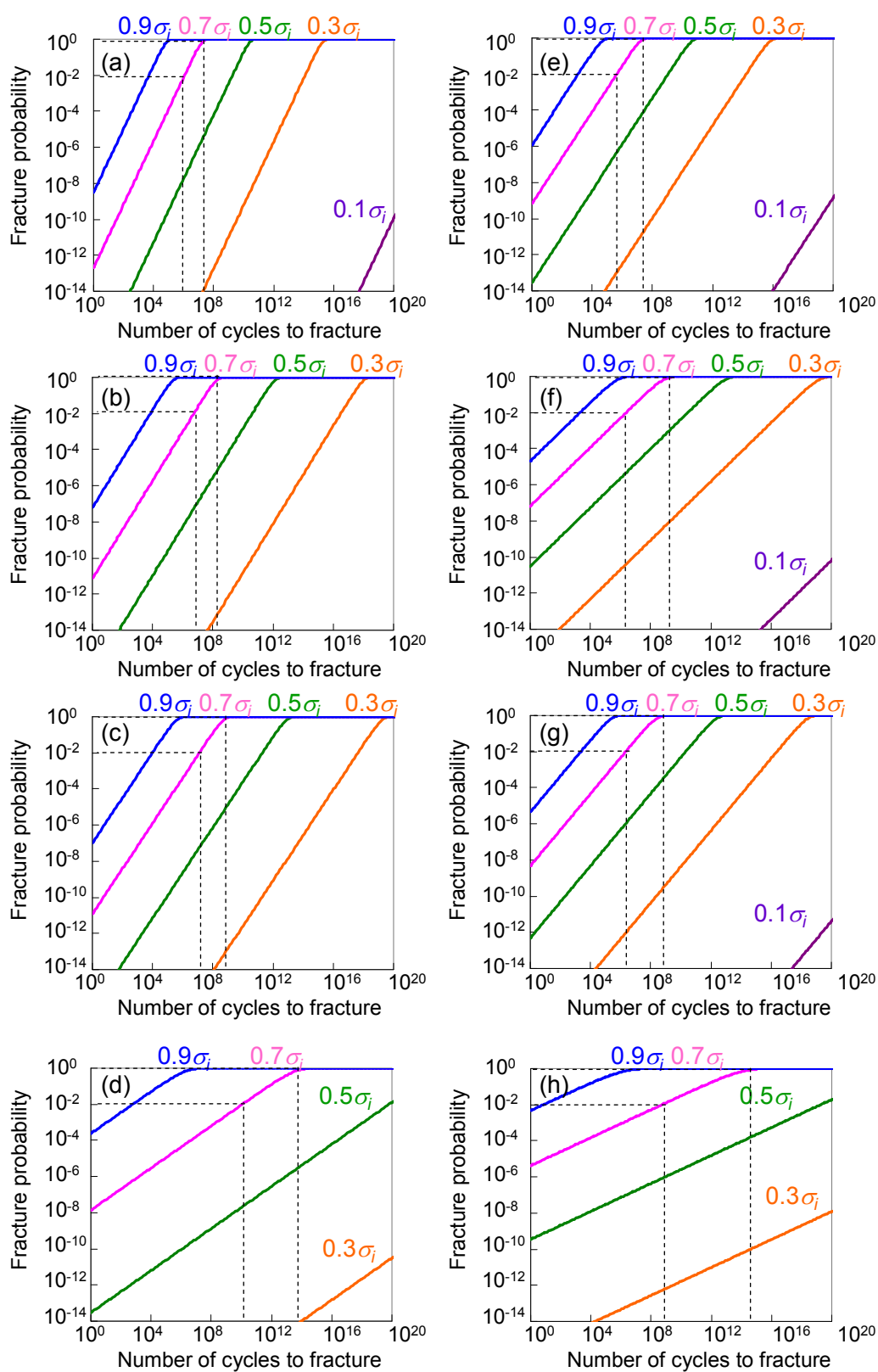


図 6-20 疲労寿命予測結果 (a) 250 nm 95%RH, (b) 250 nm 50%RH, (c) 250 nm 35%RH, (d) 250nm 5%RH, (e) 500nm 95%RH, (f) 500 nm 50%RH, (g) 500 nm 35%RH, (h) 500nm 5%RH

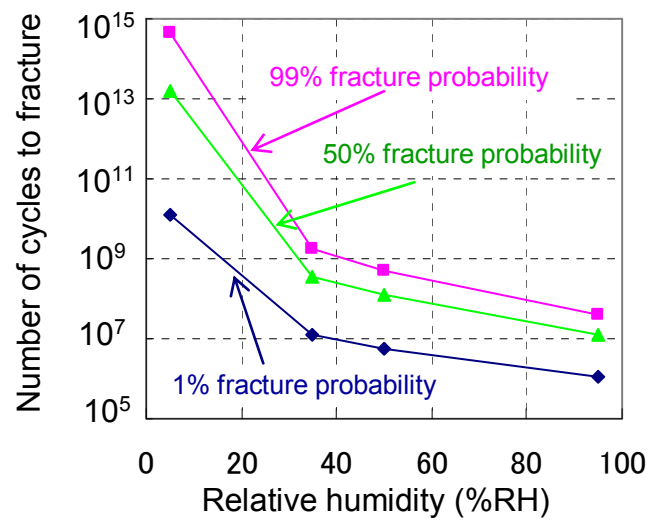


図 6-21  $t = 250\text{nm}$ ,  $\sigma/\sigma_0 = 0.7$  における破壊確率の相対湿度依存性

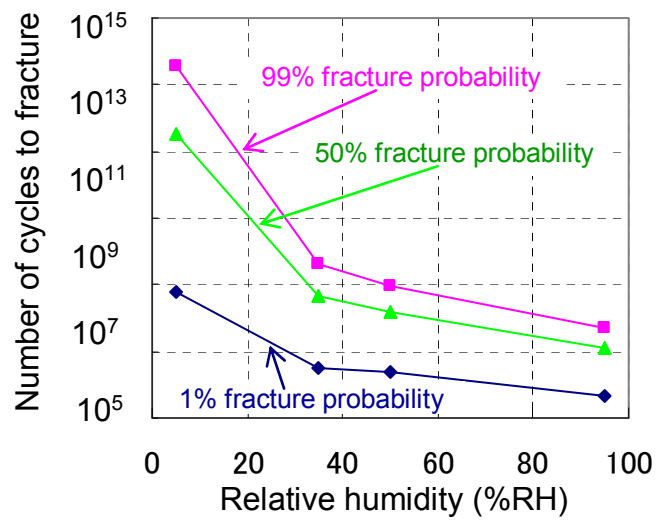


図 6-22  $t = 500\text{nm}$ ,  $\sigma/\sigma_0 = 0.7$  における破壊確率の相対湿度依存性

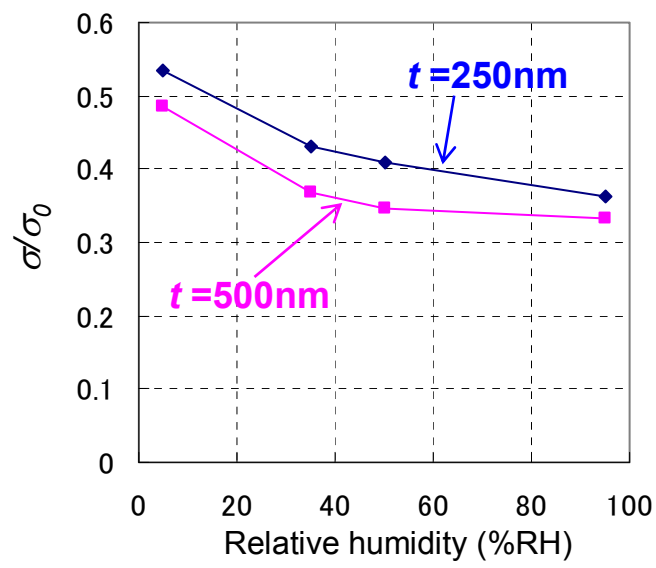


図 6-23  $10^{10}$  回駆動時に 1ppm の破壊確率となる許容応力の湿度依存性

## 6.6 まとめ

本章では、強度にばらつきをもつ脆性材料を対象としたワイブル統計と亀裂進展を表現したパリス則を組み合わせた疲労破壊モデルを用いて破壊確率分布を示した。疲労試験結果を本モデルにフィッティングすることで、モデルに含まれるパラメータであるワイブル係数と疲労指数を評価した。その結果、ワイブル係数は周囲湿度に依存せず、表面粗さの減少と共に増大し、疲労寿命ばらつきを低減した。疲労指数は周囲相対湿度の低下と共に上昇し、繰返し応力による強度低下を抑制し、疲労寿命を延長させた。このようにして、メンブレン構造を用いることで、加工ばらつきに依存しない疲労試験を行うことができ、ワイブル係数や疲労指数の温度や湿度、表面粗さ依存性を明確できた。破壊メカニズムを明確にするため、疲労試験後のメンブレンを詳細に観察した結果、疲労に起因して発生したと考えられる亀裂が破壊起点近辺に AFM によって観察された。これにより、本モデルの妥当性を示した。多結晶シリコンと単結晶シリコンの疲労特性を比較した結果、多結晶シリコンでは、膜内の粒界の影響により、疲労指数が増大することがわかった。

得られた疲労特性を用いて、応力ランピング試験と疲労試験の結果の S-N 図をフィッティングすることで初期破壊強度を評価したと共に、任意の応力や温度・湿度における多結晶シリコンの疲労寿命を予測可能とした。MEMS デバイスの疲労寿命の確保には、表面粗さの低減によるワイブル係数の増大と周囲湿度の低減による疲労指数の増大が有効であり、これらを設計に反映することで高応力が負荷された状態でも長寿命、つまり高信頼の MEMS デバイスを実現することができることがわかった。



## 第7章 結論

ファブリペロー分光器に用いられる膜厚がサブマイクロメートルオーダーの多結晶シリコン薄膜を評価対象とした「メンブレンの面外共振振動試験法」を開発し、メンブレン構造で破壊強度のばらつきを抑制することで、疲労特性を明確にした。本研究により以下の事項が明らかとなった。

### (1) メンブレンの面外共振振動試験法

#### (a) 原理

第3章において、マイクロ材料を対象とした「メンブレンの面外共振振動試験法」を提案した。本手法の特徴は以下の通りである。

- i. フォトリソグラフィやエッチングによるパターニングが不要なメンブレン構造を用いるため、従来の直線梁や切り欠き梁を用いた試験で問題となっていた側壁の加工表面粗さの影響を排除した、薄膜の本質的な強度を評価できる。
- ii. 共振を用いるため、疲労試験に必要な高試験周波数と高応力が実現できる。
- iii. 周囲環境を恒温恒湿槽で制御することで、疲労特性の温度・湿度依存性を評価できる。

#### (b) 評価装置

試験片を共振させる振動試験器と試験片の変形形状を計測するためのレーザ変位計及び振動試験器内蔵の加速度計から構成される評価装置を作製した。試験片の破壊は、レーザ変位計出力とメンブレンのイオン注入による配線が断線された時の抵抗値変化から検知可能とした。

#### (c) 試験片設計と作製

試験片はマイクロマシニング技術を用いて、メンブレンと錘と振動試験器に固定する支持枠を一体で作製した。試験片が共振する時、錘は支持枠に対して上下方向に振動する。そこで、エッチングの影響を受けた裏面からの破壊を回避するため、多結晶シリコン/酸化シリコン/窒化シリコンの積層メンブレンとした。錘寸法と酸化シリコンの膜厚で試験片の共振周波数を設計した。試験対象として、表面粗さの異なる 2 種類の膜厚(250 nm と 500 nm)の多結晶シリコン薄膜を試験対象とし、その膜質を TEM(膜厚・結晶欠陥), AFM(表面粗さ・平均粒子径), EBSD(結晶方位・平均粒子径)で評価した。

## (2) 応力ランピング試験

振動試験器の加振周波数を試験片が破壊するまで増大させ続ける応力ランピング試験を行い、疲労試験での基準応力となる規格化応力を評価した。10 Hz/s で周波数を増大させた場合、規格化応力は、膜厚が 250 nm( $R_a=1.3$  nm)の時 2.65 GPa、膜厚が 500 nm ( $R_a=2.0$  nm)の時、2.35 GPa であった。ワイブル係数を従来手法より大きく、メンブレン構造を採用したことで強度ばらつきが低減されることを確認し、本手法の優位性を示した。

## (3) 疲労試験

規格化応力の 70%, 80%, 90%疲労試験では S-N プロットを室温(25 °C)と高温(95 °C)で測定した結果、応力と湿度、表面粗さの低下により疲労寿命が延びる一方、温度が上昇すると疲労寿命が短くなる傾向が確認された。この結果をワイブル統計とパリス則を組み合わせた疲労破壊モデルで考察することで、ワイブル係数は周囲湿度に依存せず、表面粗さの減少と共に低下することで、疲労寿命ばらつきは低減した。疲労指数は周囲湿度に依存し、相対湿度の低下と共に上昇し、疲労寿命を延長させた。さらに、応力ランピング試験と疲労試験の結果を併せた S-N 図に、得られた疲労特性を用いてフィッティングすることで初期破壊強度を評価した結果、250 nm の膜厚に対して 2.66 GPa、500 nm の膜厚に対して 2.40 GPa であり、応力ランピング試験結果より数%だけ大きな値となった。このようにして、多結晶シリコンの疲労特性を明確にしたことで、任意の応力や温度・湿度における多結晶シリコンの疲労寿命を予測可能となった。繰返し応力が印加される MEMS デバイスの疲労寿命の確保には、表面粗さの低減によるワイブル係数の増大と周囲湿度の低減による疲労指数の増大が有効であり、これらを設計に反映することで高応力が負荷された状態でも長寿命な MEMS デバイスを実現することができることがわかった。

## 今後の課題

本研究では、以上のような結論を得られたが、マイクロメートルオーダーの微小材料の機械的信頼性の評価及び MEMS デバイスの寿命設計に対する今後の課題は次の通りである。

- ・ 本研究では、湿度に依存して疲労寿命が短くなることが定量的に確認できたが、周囲環境の湿度が疲労(亀裂進展・拡大)に与える根本的なメカニズムは明確にされていない。
- ・ 多結晶シリコンをメンブレンとして用いた場合の疲労寿命予測について本論文で述べたが、実際のデバイスにおける疲労寿命との関係は確認できていない。
- ・ 現状では、個々の研究者がそれぞれ異なった試験手法・データ処理方法を用いているため、データの整合性がなく、未だにシリコン材料の機械的物性の解明に至っていない。
- ・ 高い試験周波数が実現可能な共振を用いた手法を用いても、現実的な時間で試験可能な繰返し回数の上限はせいぜい  $10^{11}$  回程度である。しかし、実際の MEMS デバイスの使用期間は、車載の場合は 20 年以上に及ぶ場合もあり、その駆動回数は  $10^{13}$  回以上とな

るにも関わらず、超高サイクルの疲労特性は明らかにできていない。そのため、湿度や表面粗さに依存しない他の疲労メカニズムが顕在化し、本研究で用いた疲労破壊メカニズムが適用できない可能性がある。

#### 今後の展望

上記課題を受け、本研究の今後の展望を下記に示す。

- ・ 疲労破壊メカニズムの解明のため、試験後や試験中の多結晶シリコン薄膜を詳細に観察し、亀裂周辺の結晶粒や膜組成の詳細な分析を行う。
- ・ 構築した疲労寿命予測の有用性を実証するため、ファブリペロー分光器の信頼性評価結果と予測した疲労寿命との相関関係を確認し、必要に応じて疲労破壊モデルを修正する。
- ・ 薄膜の機械的物性を明確にするため、試験手法を統一し、全ての MEMS デバイスの疲労寿命を予測することで信頼性の高い MEMS デバイスの設計技術を確立する。
- ・ 超高試験周波数での疲労試験の考案や新規疲労メカニズムが顕在化する条件での疲労試験を行い、 $10^{13}$  回以上における疲労寿命を確保する。
- ・ 今回開発した試験手法及び装置は、薄膜の疲労特性を低ばらつきで評価できる優れた手法であるだけでなく、多結晶シリコンに限ることなく、半導体製造装置で成膜できる薄膜であれば、下記2項目を再設計することで疲労試験を実施可能である。
  - ・ 共振周波数：試験対象薄膜の膜応力に依存し、試験周波数及び共振  $Q$  値に影響。
  - ・ 破壊強度：積層メンブレンの裏面(今回は  $\text{Si}_x\text{N}_y$  を適用)よりも低強度である。

特に我々は、単結晶シリコンと多結晶シリコンの疲労特性の相違に注目しており、本手法を用いて単結晶シリコンの疲労試験を行うことに今後注力していく。

## 参考文献

- [1] D. Dudley, W. M. Duncan and J. Slaughter: Emerging Digital Micromirror Device (DMD) Applications, *Proc. of SPIE* (2003) Vol. 4985.
- [2] Y. Shim, J. Ruan, Z. Wu and Rais-Zadeh, M.: An integrated RF MEMS tunable filter, *Proc. of IEEE 25th MEMS conf.* (2012) pp.15-18.
- [3] C. H. Je, J. Lee, W. S. Yang and J. Kim: The novel sensitivity improved surface micromachined MEMS microphone with the center-hole membrane, *Procedia Engineering* (2011) 25 pp.583-586.
- [4] F. Zee and J. W. Judy: Micromachined polymer-based chemical gas sensor array, *Sensors and Actuators B: Chemical* (2001) 72-2, pp.120–128.
- [5] P. S. Dittrich and A. Manz: Lab-on-a-chip: microfluidics in drug discovery, *Nature Reviews Drug Discovery* (2006) 5, pp.210-218.
- [6] H. D. Ngo, T. Tekin, T. C. Vu, M. Fritz, W. Kurniawan, B. Mukhopadhyay, A. Kolitsch, M. Schiffer and K. D. Lang: MEMS sensor with giant piezoresistive effect using metall-semiconductor hybrid structure, *Proc. of 16th Transducers* (2012) pp.1018-1021.
- [7] S.X.P. Su, H. S. Yang and A. M. Agogino: A resonant accelerometer with two-stage microleverage mechanisms fabricated by SOI-MEMS technology, *IEEE Sensors Journal* (2005) 5, pp.1214 – 1223.
- [8] S. Y. Bae, K. J. Hayworth, K. Y. Yee, K. Shcheglov and D. V. Wiberger: High-performance MEMS microgyroscope, *Proc. of SPIE* (2002) Vol. 4755.
- [9] R. Neul, U. Gomez, K. Kehr, W. Bauer, J. Classen, C. Doring, E. Exch, S. Gotz, J. Hauer, B. Kuhlmann, C. Lang, M. Veith and R. Willing: Micromachined gyros for automotive applications *IEEE Sensors 2005* (2005) pp. 527-530.
- [10] K. A. Shaw, Z. L. Zhang and N. C. MacDonald: A single mask, single-crystal silicon, reactive ion etching process for Microelectromechanical structures, *Sensors and Actuators A* (1994) 40 pp.63-70.
- [11] K. E. Petersen: Silicon as a mechanical material, *Proc. of IEEE* (1982) 70-5 pp.420-457.
- [12] W. N. Sharpe, K. M. Jackson, K. J. Hemker and Z. Xie: Effect of specimen size on Young's modulus and fracture strength of polysilicon, *J. Microelectromech. Syst.* (2001) 10-3, pp.317-326.
- [13] 杉本章, 佐藤一雄: 環境温度 350-500 °C で観察されたミクロンオーダー厚さの単結晶シリコン梁の塑性座屈、第4回マイクロ・ナノ工学シンポジウム (2012) OS-2-2-2.
- [14] A. D. Roming, M T. Dugger and P. J. Whorter: Materials issues in Microelectromechanical devices: science, engineering, manufacturability and reliability, *Acta Mater.* (2003) 51 pp.5837-5866.

- 
- [15] T. Tsuchiya, O. Tabata, J. Sakata and Y. Taga: Specimen size effect on tensile strength of surface micromachined polycrystalline silicon thin films, *Proc. of 10th IEEE MEMS conf.* (1997) pp.529-534.
  - [16] F. R. Brotzen: Mechanical testing of thin films, *International Material Reviews* (1994) 39-1, pp.24-45.
  - [17] O. Tabata and T. Tsuchiya: Poisson's ratio evaluation of LPCVD silicon nitride film, *Trans. of IEE Japan* (1996) 116-E, pp.34-35.
  - [18] M. Muraoka and S. Takeuchi: Evaluation of abrasion resistance and adhesion strength of brazed diamond film by a shearing test, *Surface and Coating Technology* (1991) 47, pp.572-577.
  - [19] A. B. O. Soboyejo, K. D. Bhalarad and W. O. Soboyejo: Reliability assessment of polysilicon MEMS structures under mechanical fatigue loading, *J. Mater. Sci.* (2003) 38 pp.4163-4167.
  - [20] T. Tsuchiya: Reliability characterization of MEMS materials, *IEEJ Trans. Sens. Micromach* (2005) 125, pp.289-293.
  - [21] J. A. Connally and S. B. Brown: Slow crack growth in single-crystal silicon, *science* (1992) 256, pp.1537-1539.
  - [22] T. Ikehara and T. Tsuchiya: High-cycle fatigue of micromachined single-crystal silicon measured using high-resolution patterned specimen *J. Micromech. Microeng.* (2008) 18, 075004.
  - [23] C. L. Muhlstein, R. T. Howe and R. O. Ritchie: Fatigue of polycrystalline silicon for Microelectromechanical system applications: crack growth and stability under resonant loading conditions, *Mech. Mater.* (2004) 36, pp.13-33.
  - [24] J. Bagdahn and W. N. Sharpe: Fatigue of polycrystalline silicon under long-term cyclic loading *Sens. Actuators A* (2003) 103, pp.9-15.
  - [25] D. H. Alsem, R. Timmerman, B. L. Boyce, E. A. Stach, J. Hosson and R. O. Ritchie: Very high-cycle fatigue in micron-scale polycrystalline silicon films: Effects of environment and surface oxide thickness, *J. Appl. Phys.* (2007) 101, 013515.
  - [26] Subra Suresh: Fatigue of Materials Second edition, *Cambridge University Press* (1998) pp.215-249.
  - [27] S. Kamiya, Y. Ikeda, J. Gasper and O. Paul: Effect of humidity and temperature on the fatigue behavior of polysilicon thin film, *Sensors and Actuators A* (2011) 170, pp.187-195.
  - [28] Y. Yamaji, K. Sugano, O. Tabata and T. Tsuchiya: Tensile-mode fatigue tests and fatigue life predictions of single crystal silicon in humidity controlled environments, *Proc. of 20th IEEE MEMS conf.* (2007) pp.267-269.
  - [29] S. Yoneoka, Y. Q. Qu, S. Wang, M. W. Messana, A. B. Graham, J. Salvia, B. Kim, R.

- Melamud, G. Bahl and T. W. Kenny: High-cyclic fatigue experiments of single crystal silicon in an oxygen-free environment, *Proc. of 23th IEEE MEMS Conf.* (2010) pp.224-227.
- [30] C. L. Muhlstein, S. B. Brown and R. O. Ritchie: High-cycle fatigue of polycrystalline silicon thin films in laboratory air, *MRS proceedings* (2000) 657, EE.5.8.1-EE.5.8.6.
- [31] C. L. Muhlstein, S. B. Brown and R. O. Ritchie: High-cycle fatigue of Single-crystal silicon thin films, *J. Microelectromech. Syst.* (2001) 10, pp.593-600.
- [32] C. L. Muhlstein, S. B. Brown and R. O. Ritchie: High-cycle fatigue and durability of polycrystalline silicon thin films in ambient air, *Sensors and Actuators A* (2001) 94, pp.177-188.
- [33] D. H. Alsem, O. N. Pierron, E. A. Stach, C. L. Muhlstein and R. O. Ritchie: Mechanisms for fatigue of micron-scale silicon structural films, *ADVANCED ENGINEERING MATERIALS* (2007) 9, pp.15-30.
- [34] P. Shrotriya, S. Allameh, S. Brown, Z. Suo and W. O. Sobouejo: Fatigue damage evolution in silicon films for micromechanical applications, *Experimental Mechanics* (2003) 43-3, pp.289-302.
- [35] C. L. Muhlstein, E. A. Stach and R. O. Ritchie: A reaction-layer mechanism for the delayed failure of micron-scale polycrystalline silicon structural films subjected to high-cycle fatigue loading, *Acta Materialia* (2002) 50, pp.3579-3595.
- [36] M. Budnitzki and O. N. Pierron: Highly localized surface oxide thickening on polycrystalline silicon thin films during cyclic loading in humid environments, *Acta Materialia* (2009) 57, pp.2944-2955.
- [37] D. H. Alsem, C. L. Muhlstein, E. A. Stach and R. O. Ritchie: Further considerations on the high-cycle fatigue of micron-scale polycrystalline silicon, *Scripta Materialia* (2008) 59, pp.931-935.
- [38] T. Namazu, Y. Isono and T. Tanaka: Plastic deformation of nanometric single crystal silicon wire in AFM bending test at intermediate temperatures *J. Microelectromech. Syst.* (2002) 11-2, pp.125-135.
- [39] T. Namazu and Y. Isono: Fatigue life prediction criterion for micro-nanoscale single-crystal silicon structures, *J. Microelectromech. Syst.* (2009) 18, pp.129-137.
- [40] H. Kahn, R. Ballarini and A. H. Heuer: Dynamic fatigue of silicon, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sic.* (2004) 8, pp.71-76.
- [41] R. Hajika, W. Makishi, Y. Kanamori, S. Tanaka, S. Yoshida and M. Esashi: Surface smoothing of micromachined silicon structure by hydrogen annealing and investigation of its effect on the torsional fracture strength, *Tech. Dig. 29th Sensor Symp.* (2012) pp.57-62.
- [42] Y. Nagai, T. Namazu and S. Inoue: Fatigue life evaluation for single- and poly-crystalline silicon films by pulsating-tension cyclic loading test, *Surf. Interface Anal.* (2008) 40

- pp.993-997.
- [43] Enomoto, M. Suzuki, T. Iwaki T, H. Wado and Y. Takeuchi Y: Infrared absorption sensor for multiple gas sensing -Development of fabry-perot spectrometer with ultra wide wavelength range-, *IEEEJ Trans. Sens. Micromach.* (2011) 131, pp.264-269.
  - [44] 景山恭行: ポリシリコン薄膜における薄膜方向応力分布の解析と制御、*豊田中央研究所 R&D レビュー* (1999) 34-1, pp.3-9.
  - [45] R. L. Edwards, G. Coles and W. N. Sharpe: Comparison of tensile and bulge tests for thin-film silicon nitride, *Experimental Mechanics* (2004) 44-1, pp.49-54.
  - [46] D. Maier-Schneider, A. Köprülü, E. Obermeier : Elastic properties and microstructure of LPCVD polysilicon films, *J. Micromech. Microeng.* (1996) 6, pp.436-446.
  - [47] O. Tabata, K. Kawahata, S. Sugiyama, H. Inagaki and I. Igarashi: Internal Stress and Young's Modulus Measurements of Thin Films Using Micromachining Technology, *Tech. Digest 8th Sensor Symposium* (1988) pp.149-152.
  - [48] J. Gaspar, M. Schmidt and O. Paul: Comparison of improved bulge and microtensile techniques for mechanical thin film characterization - application to Polysilicon, *Proc. of Transducers 2007* (2007) pp.575-578.
  - [49] S. Jayaraman, R. L. Edwards and K. J. Hemker: Relating mechanical testing and microstructural features of polysilicon thin films, *J. Mater. Res. Soc.* (1999) 14, pp.688-697.
  - [50] 土屋智由, 船橋博文: 薄膜引張試験による多結晶シリコン膜のヤング率測定、*電気学会論文誌 E (センサ・マイクロマシン部門誌)* (2003) 123, pp.577-582.
  - [51] W. N. Sharpe, K. T. Turner and R. L. Edwards: Tensile testing of polysilicon, *Experimental Mechanics* (1999) 39-3, pp.162-170
  - [52] W. N. Sharpe, K. Jackson, G. Coles and D. A. LaVan: Young's modulus and Fracture strength of three polysilicons
  - [53] J.-Å. Schweitz: Mechanical characterization of thin films by micromechanical techniques, *MRS bulletin* (1992) pp.34-45.
  - [54] H. Kapels, R. Aigner and J. Binder: Fracture strength and fatigue of polysilicon determined by a novel thermal actuator, *IEEE Transactions on electron devices* (2000) 47-7, pp.1522-1528.
  - [55] W. N. Sharpe Jr., B. Yuan, R. Vaidyanathan and R. L. Edwards: Measurement of Young's modulus, Poisson's ratio and tensile strength of polysilicon, *Proc. of 10th IEEE MEMS Conf.* (1997) pp.424-429.
  - [56] O. Tabata, T. Tsuchiya, O. Brand, G. K. Fedder, C. Hierold and J. G. Korvink: Reliability of MEMS: *Testing of Materials and Devices*, WILEY-VCH.
  - [57] 安藤妙子: 薄膜材料のオンチップ引張試験ならびに疲労試験、*博士学位論文* (2001)
  - [58] 土屋智由、宮本憲治、菅野公二、田畑修: 単結晶シリコン引張試験における表面酸

- 化の影響評価、日本機械学会 2008 年度年次大会講演論文集、pp.157-158.
- [59] T. Tsuchiya, O. Tabata, J. Sakata and Y. Taga: Tensile testing of polycrystalline silicon thin films using electrostatic force grip, *IEEJ Trans. Sens. Micromach.* (1996) 116, pp.441-446.
- [60] T. Tsuchiya, Y. Yamaji, K. Sugano and O. Tabata: Tensile and tensile-mode fatigue testing of microscale specimens in constant humidity environment, *Experimental Mechanics* (2010) 50, pp.509-516.
- [61] S. Greek, F. Ericson, S. Johansson and J. A. Schweitz: In-situ tensile strength measurement of thick-film and thin-film micromachined structures, *Proc. of Transducers '95* (1995) pp.56-59.
- [62] K. Sato, M. Shikida, M. Yamasaki and T. Yoshioka: Micro tensile-test system fabricated on a single crystal silicon chip, *Proc. of 9th IEEE MEMS Conf.* (1996) pp.360-364.
- [63] 駒井謙治郎、箕島弘二、俵秀男、井上茂道、砂子勝義：微小材料機械的特性評価試験機の試作とシリコン単結晶微小素子の破壊特性評価、日本機械学会論文集 (A 編) (1994) 60-569, pp.52-58.
- [64] 中野禪，山中一司，甲田壽男：微小三点曲げ試験によるヤング率測定，日本機械学会第 70 期全国大会講演論文集 Vol. B (1992) pp.519-521.
- [65] K. Teraoka, A. Ito, T. Tateishi, S. Tsutsumi: Mechanical properties of synthetic hydroxyapatite single crystals, *Proc. of Int. Symp. on Enviromental Issues of Ceramics* (1994).
- [66] S. Johansson, F. Ericson, and J.-Å. Schweitz: Influence of surface coating on elastiscity, residual stresses, and fracture properties of silicon microelement, *J. Appl. Phys.*, 65-1 (1989) pp.122-128.
- [67] S. Johansson, J. A. Schweitz, L. Tenerz and J. Tiren: Fracture testing of silicon microelements in situ in a scanning electron microscope, *J. Appl. Phys.* (1998) pp.4799-4803.
- [68] G. L. Pearson, W. T. Read and W. L. Feldmann: Deformation and fracture of small silicon crystals, *Acta metallurgica* (1957) 5, pp.181-191.
- [69] E. I. Bromley, J. N. Randall, D. C. Flanders and R. W. Mountain: A technique for the determination of stress in thin films, *J. Vac. Sci. Technol.* (1983) B1(4), pp.1364-1366.
- [70] O. Tabata, K. Kawahata, S. Sugiyama and I. Igarashi: Mechical property measurements of thin films using load-deflection of composite rectangular membranes, *Sensors and Actuators* (1989) 20, pp.135-141.
- [71] 小池淳一：薄膜強度試験法，*まてりあ* (1996) 35-10, pp.1126-1132.
- [72] F. R. Brotzen: Mechanical testing of thin films, *International Material Reviews* (1994) 39-1 pp.24-45.
- [73] J.-Å. Schweitz: Mechanical characterization of thin films by micromechanical techniques,



- MRS bulletin* (1992) pp.34-45.
- [74] 杉山進, 田畑修: マイクロメカニズムに用いる薄膜の機械的物性評価, *計測と制御*, (1989) 28-6 pp.485-488.
  - [75] 田畑修, 杉山進, 瀧川光治, 五十嵐伊勢美: イオン注入法による圧力センサ用窒化シリコン薄膜の機械的物性制御, *電気学会論文集 C* (1990) 110-C, No.4 pp.228-234.
  - [76] O. Tabata and T. Tsuchiya: Poissin's ratio evaluation of LPCVD silicon nitride film, *Trans. of IEE Japan* (1996) 116-E pp.34-35.
  - [77] A. Catlin and W. P. Walker: Mechanical Properties of Thin Single-Crystal Gold Films, *J. Appl. Phys.* (1960) 31-12 pp.2135-2139.
  - [78] R. J. Jaccodine and W. A. Schlegel: Measurement of Strains at Si-SiO<sub>2</sub> Interface, *J. Appl. Phys.* (1966) 37-6, pp.2429-2434.
  - [79] D. M-Schneider, J. Maibach, and E. Obermeier: Computer-aided characterization of the elastic properties of thin films, *J. Micromech. Microeng.* (1992) 2 pp.173-175.
  - [80] W. P. Schellart: Shear test results for cohesion and friction coefficients for different granular materials: scaling implications for their usage in analogue modeling, *Tectonophysics* (2000) 324, pp.1-16.
  - [81] R. Mihara, N. Takeuchi and T. Yasui: The reidel shear test using the silicon, *Proceedings of Japan National Conference on Geotechnical Engineering* (1999) 34, pp.1187-1188.
  - [82] M. Sakane, M. Ohnami, K. Hashimoto and T. Yoshida: Young's modulus of pure Cr thin film by three-points bending and free vibration methods, *Advanced Technology in Experimental Mechanics '97* (1997) pp.349-354.
  - [83] B. Hok and K. Gustafsson: Vibration analysis of micromechanical elements, *Sensors and Actuators*, (1985) 8, pp.235-243.
  - [84] B. S. Berry and W. G. Pritchett: Internal stress and internal friction in thin layer microelectronic materials, *J. Appl. Phys.* (1990) 67-8, pp. 3661-3668.
  - [85] X. Ding, W. H. Ko and J. M. Mansour: Residual stress and mechanical properties of boron-doped p+-silicon films, *Sensors and Actuators* (1990) A21-A23, pp.866-871.
  - [86] K. E. Petersen and C. R. Guarnieri: Young's modulus measurements of thin films using micromechanics, *J. Appl. Phys.* (1979) 50 (11), pp.6761-6766.
  - [87] J. Lagowski, H. C. Gatos, and E. S. Sproles Jr.: Surface stress and the normal mode of vibration of thin crystals: GaAs, *Appl. Phys. Lett.* (1975) 26-9, pp.493-495.
  - [88] B. Hok and K. Gustafsson: Vibration analysis of micromechanical elements, *Sensors and Actuators* (1985) 8, pp.235-243.
  - [89] S. Ogawa, S. Soda, S. Lee, S. Izuo and Y. Yoshida: RF-MEMS switch with through-silicon via by the molten solder ejection method, *Sensors and Actuators A* (2012) 181, pp.77-80.
  - [90] S. J. Kim, Y. Zhang, M. Wang, M. Bachman and G.-P. Li: High Power Laminate MEMS RF

- Switch, *Electronic Components and Technology Conference* (2012) pp.115-120.
- [91] T. Tsuchiya, A. Inoue, J. Sakata, M. Hashimoto, A. Yokoyama and M. Sugimoto: Fatigue test of single crystal silicon resonator, *Tech. Dig. Of 16th Sensor Symp.* (1998) pp.277-280.
- [92] 機械工学便覧、日本機械学会編、改訂第5版, 4, pp.68-69.
- [93] 斉藤秀雄：工業基礎振動学、養賢堂, pp.61-62.
- [94] T. Yoshioka, T. Ando, M. Shikida and K. Sato: Tensile testing of SiO<sub>2</sub> and Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> films carried out on a silicon chip, *Sensors and Actuators* (2000) 82, pp.291-296.
- [95] W. Chuang, R. K. Fetting and R. Ghodssi; An electrostatic actuator for fatigue testing of low-stress LPCVD silicon nitride films, *Sensors and Actuators A* (2005) 121, pp.557-565.
- [96] S. Timoshenko and S. Woinosky-rieger: Theory of Plates and Shells, *McGraw-Hill* (1959).
- [97] G. Harbeke, L. Krausbauer, E. F. Steigmeier, A. E. Widmer, H. F. Kappert and D. Neugebauer: Growth and Physical Proerties of LPCVD Polycrystalline Silicon Films, *Journal of The Electrochemical Society* (1984) 131-3, pp.675-682.
- [98] V. M. Koleshko, V. F. Beritsky and I. V. Kiryushin: Stresses in thin polycrystalline silicon films, *Thin Solid Films* (1988) 162, pp.365-374.
- [99] S. M. Sze: Semiconductor devices 2nd Edition –Physics and Technology, 産業図書, pp.49.
- [100] T. Ikehara and T. Tsuchiya: Low-cycle to ultrahigh-cycle fatigue lifetime measurement of single-crystal-silicon specimens using a microresonator test device *J. Microelectromech. Syst.*(2012) 21 pp.830-839.
- [101] Waloddi Weibull: A Statistical Distribution Function of Wide Applicability, *ASME Journal of Applied Mechanics*, Trans. of the American Society of Mechanical Engineers (1951), pp.293-297.
- [102] S. Kamiya, T. Tsuchiya, T. Ikehara, K. Sato, T. Ando, T. Namazu and K. Takashima: Cross comparison of fatigue lifetime testing on silicon thin film specimens, *Proc. of 24th Int. IEEE MEMS Conf.* (2011) pp 404-407
- [103] H. Kahn, R. Ballarini and A. H. Heuer: Effects of varying mean stress and stress amplitude on the fatigue of polysilicon, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*(2004) 795 U.4.7.
- [104] H. Kahn, R. Ballarini and A. H. Heuer: Fatigue failure in polysilicon not due to simple stress corossion cracking, *SCIENCE* (2002) 298, pp.1215-1218.
- [105] P. C. Paris: The mechanics of fracture propagation and solutions to fracture arrestor problems, *The Boeing Company Document* (1957) D-2-2195.
- [106] A. G. Evans and E. R. Fuller, “Crack propagation in ceramic materials under cyclic loading conditions,” *Metallurgical Mater. Trans. B*, (1974) vol. 5, no. 1, pp. 27–33.
- [107] 柴田俊忍、大谷隆一、駒井謙治郎、井上達雄：材料力学の基礎、培風館、pp.247.
- [108] E. K. Baumert, P. -O. Thellet, O. N. Pierron : Investigation of the low-cycle fatigue mechanism for micron-scale monocrystalline silicon films, *Acta Materialia* (2010)

- pp.2854-2863.
- [109] S. Kamiya, S. Amaki, T. Kawai, N. Honda, P. Ruther, J. Gasper and O. Paul: Seamless interpretation of the strength and fatigue lifetime of polycrystalline silicon thin films, *J. Microelectromech. Sys.* (2008) 18 095023-095033.
- [110] H. Kahn, R. Ballarini, R. L. Mullen, A. H. Heuer: Electrostatically actuated failure of microfabricated polysilicon fracture mechanics specimens, *Proceedings of the Royal Society of London* (1999) 455 pp.3807–3823.
- [111] L. C. Ciacchi and M. C. Payne: First-principles molecular-dynamics study of native oxide growth on Si (001), *Phys. Rev. Let.* (2005) 95 pp.196101-196104.
- [112] W. Merlijn van Spengen: Static crack growth and fatigue modeling for silicon MEMS, *Sensors and Actuators A* (2012) 183, pp.57-68.
- [113] M. Werner, M. Bartsch, U. Messerschmidt and D. Baither: TEM observations of dislocation motion in polycrystalline silicon during In Situ straining in the high voltage electron microscope, *Phys. Stat. Sol.* (1994) 146, pp.133-143.
- [114] K. Komai, K. Minoshima and S. Inoue: Fracture and fatigue behavior of single crystal silicon microelements and nanoscopic AFM damage evaluation, *Microsystem Technologies* (1998) 5, pp. 30-37.
- [115] H. Kahn, N. Tayebi, R. Ballarini, R. L. Mullen and A. H. Heuer: Fracture toughness of polysilicon MEMS devices, *Sensors and Actuators A* (2000) 82 pp.274-280.
- [116] B. Lawn: Fracture of Brittle Solids, 2nd. Ed. Cambridge Univ. Press. (1993) pp.30-33.

## ANSYS 用インプットコード

## ①プリポスト

Finis	!プロセッサを正常終了
/clear	!全消去 初期化
jobname = 'polysilicon_test'	!ジョブネームを指定
/FILNAM,%jobname%	!ファイル名=ジョブネームに設定
seltol,1e-9	!選択機能の分解能設定
BTOL,1e-7	!ブーリアン演算の分解能

!パラメータの設定\*\*\*\*\*

R=6e-3	!錘の半径
L1=8e-3	!メンブレン外寸
L2=10e-3	!チップ外寸
mesh1=10	!錘と支持枠の縦方向分割数
mesh2=200	!円弧分割数と支持枠の分割数
mesh3=20e-6	!メンブレン要素サイズ
press=1e5	!加速度のよる慣性力を模擬した錘部への荷重
t_polySi=250e-9	!ポリシリコンの膜厚
t_SiO2=300e-9	!SiO2 の膜厚
t_SiN=600e-9	!Si <sub>x</sub> N <sub>y</sub> の膜厚
s_polySi=100e6	!ポリシリコンの内部応力
s_SiO2=-250e6	!SiO2 の内部応力
s_SiN=100e6	!Si <sub>x</sub> N <sub>y</sub> の内部応力

!プリプロセス\*\*\*\*\*

/PREP7	
!**要素タイプ	
ET,1,SOLID186	!ソリッド要素を定義
ET,2,SHELL281	!シェル要素を定義

## !\*\*材料特性の定義

MP,EX,1,160e9 !単結晶シリコンの物性

MP,PRXY,1,0.25

MP,DENS,1,2300

MP,EX,2,160e9 !多結晶シリコンの物性

MP,PRXY,2,0.25

MP,DENS,2,2300

MP,EX,3,80e9 !SiO<sub>2</sub> の物性

MP,PRXY,3,0.25

MP,DENS,3,2500

MP,EX,4,300e9 !Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> の物性

MP,PRXY,4,0.25

MP,DENS,4,3000

## !\*\*モデル作成

BLOCK,0,L2,L1,L2,0,400e-6 !支持枠

BLOCK,L1,L2,0,L1,0,400e-6 !支持枠

CYL4, ,R,0,R,90,400e-6 !錘

RECTNG,0,L2,0,L2 !メンブレン

vsel,s,loc,x,L1,L2

vsel,a,loc,y,L1,L2

vglue,all !支持枠の結合

allsel

sectype,1,shell !シェルに断面データ割付

secdata,t\_polySi,2 !poly-Si 膜厚と材料番号を指定

secdata,t\_SiO<sub>2</sub>,3 !SiO<sub>2</sub> 膜厚と材料番号を指定

secdata,t\_SiN,4 !SiN 膜厚と材料番号を指定

allsel !ボリュームから面を引き算

asba,18,21

asba,1,24

asba,2,13

!\*\*要素属性の割り当て

vsel,s,,3,	!ボリユーム番号を選択
vatt,1,,1	!材料番号=1、要素タイプ番号=1 を設定
vsel,s,,4,	!ボリユーム番号を選択
vatt,1,,1	!材料番号=1、要素タイプ番号=1 を設定
vsel,s,,5,	!ボリユーム番号を選択
vatt,1,,1	!材料番号=1、要素タイプ番号=1 を設定

allsel

asel,s,loc,z,0	!メンブレン部分を指定
aatt,,,,,1	!要素タイプ番号=1 を設定

!\*\*メッシュサイズの定義

allsel	
lsel,s,loc,z,1e-6,399e-6	
LESIZE,all, , ,mesh1, , , , 1	!縦分割数を指定
allsel	

lsel,s,loc,x,0,R	
lsel,r,loc,y,0,R	
lsel,u,loc,x,0	
lsel,u,loc,y,0	
LESIZE,all, , ,mesh2, , , , 1	!円弧分割数を指定

allsel	
lsel,s,loc,x,L1,L2	
lsel,a,loc,y,L1,L2	
lsel,u,loc,z,200e-6	
LESIZE,all, , ,mesh2, , , , 1	!フレーム分割数＝円弧分割数
allsel	

!\*\*メッシュ分割

allsel	
vsel,s,loc,x,L1,L2	
vsel,a,loc,y,L1,L2	
vsweep,all	

```

allsel
vmesh,3

AESIZE,1,mesh3,          !メンブレン分割サイズ 面番号で指定
AMESH,1

!**境界条件
Allsel                    !底面を固定
asel,s,loc,z,400e-6
asel,u,loc,x,0,R
DA,all,ALL,

Allsel                    !底面を固定
asel,s,loc,z,400e-6
asel,u,loc,y,0,R
DA,all,ALL,
allsel

lsel,s,loc,x,0            !境界対象を指定
lsel,a,loc,y,0
DL,all, ,SYMM

Allsel                    !境界対象を指定
asel,s,loc,x,0
asel,a,loc,y,0
DA,all, ,SYMM
allsel

/ESHAPE,1                !断面情報に基づいた要素表示
/PNUM,MAT,1              !材料ごとに色分け表示
/REPLOT

inistate,set,mat,2
inistate,defi,all,,, s_polySi, s_polySi  !poly-Si の内部応力を定義
inistate,set,mat,3
inistate,defi,all,,, s_SiO2,s_SiO2      !SiO2 の内部応力を定義

```

---

```
inistate,set,mat,4
```

```
inistate,defi,all,,,,s_SiN,s_SiN      !SiN の内部応力を定義
```

```
FINISH
```



!ソリューションプロセス\*\*\*\*\*

!①モーダル解析

ANTYPE,2	!モーダル解析
BCSOPTION,INCORE	!最大メモリを使用
MODEOPT,LANB,5	!5 次のモードまで計算
EQSLV,SPAR	!スパース直接法ソルバーを使用
MXPAND,5,,0	!拡張するモード数を指定
LUMPM,0	!質量マトリクスの定式化を使用
PSTRES,0	!初期応力を計算に含める
MODEOPT,LANB,5,0,0,,OFF	!モード抽出方法をブロックランチョス法
SOLVE	!解析開始

!②静的大変位解析

SFA,13,1,PRES,press	!慣性力を圧力で模擬。面番号で指定
ANTYPE,0	!静的解析
BCSOPTION,INCORE	!最大メモリを使用
CNVTOL,F,,0.001,2,-1,	!残差許容値を指定
NLGEOM,1	!大変形効果を考慮
NSUBST,100,10000,10	!荷重サブステップ数を指定
OUTRES,ALL,ALL	!全ステップでのデータを書き込み
AUTOTS,1	!自動時間ステップを使用
KBC,0	!荷重はランプ入力で与える
SOLVE	!解析開始

!ポストプロセス\*\*\*\*\*

!①モーダル解析

```

/post1
/output,%jobname%,txt      !テキストファイルに出力
set,list,2                 !リスト出力
/output,term               !出力先をスクリーンに戻す
Finish

```

!②静的大変位解析

```

/post1
set,last

esel,s,type,,2            !SHELL281 要素を選択
nsle,s,corner             !選択要素に属するコーナー節点のみ選択
nsel,r,loc,x,0            !X=0 上の節点のみ再選択
nsel,r,loc,z,0            !Z=0 上の節点のみ再選択

cm,eval,node              !選択節点をコンポーネント (EVAL)

shell,top                 !シェル要素上面の結果を出力 (poly-Si=1 層目の表面は上面)

*get,nnum,node,,count     !節点数を nnum に格納
*dim,seqv,array,nnum,2    !配列定義

*do,j,1,nnum              !*DO ループ開始
*get,minloc,node,,mnloc,y !選択節点の最小 Y 座標を minloc に格納
nsel,r,loc,y,minloc       !Y=minloc にある節点を再選択
mynode=ndnext(0)          !選択選択の節点番号を mynode に格納
seqv(j,1)=ny(mynode)      !mynode の Y 座標を配列に格納
*get,seqv(j,2),node,mynode,s,eqv !mynode の相当応力を配列に格納
cm,eval,s,eval            !コンポーネント EVAL を選択
nsel,u,,mynode            !mynode を選択から削除
cm,eval,node              !新たにコンポーネントを作成 (EVAL)
*enddo                    !DO ループの終了
allsel                    !全選択

```

!\*\*\*\*\*Y 座標、相当応力の順にテキスト出力 (seqvout.txt ファイルに出力) \*\*\*\*\*

\*mwrite,seqv(1,1),seqvout,txt,,jik,2,nnum

(2E15.3)

## 業績・論文リスト

## 博士論文に関するもの

## 1. 学術論文

- (1) 種村友貴, 山下秀一, 和戸弘幸, 竹内幸裕, 土屋智由, 田畑修: “多結晶シリコン薄膜の面外曲げ共振振動を用いたメンブレンの信頼性試験”, 電気学会センサ・マイクロマシン部門誌, Vol. 132-E, No. 7, pp. 224-229 (2012).
- (2) T. Tanemura, S. Yamashita, H. Wado, Y. Takeuchi, T. Tsuchiya and O. Tabata: “Fatigue Testing of Polycrystalline Silicon Thin-film Membrane Using Out-of-plane Bending Vibration”, Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 51, No.11, 11PA02 (2012).
- (3) T. Tanemura, S. Yamashita, H. Wado, Y. Takeuchi, T. Tsuchiya and O. Tabata: “Fatigue characteristic of polycrystalline silicon thin film membrane and its dependency on humidity”, submitted to Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 23, No. 3, 035032 (2013).

## 2. 国際会議論文

- (1) T. Tanemura, S. Yamashita, H. Wado, Y. Takeuchi, T. Tsuchiya, O. Tabata: “Out-of-plane Bending Reliability Test for Intrinsic Mechanical Strength of Polycrystalline Silicon Thin Film Using Etching-damage-less Membrane”, 2012 MRS Spring Meeting, San Francisco, CA USA, April 9-13, B9.2. (2012).

## 3. 国内会議論文

- (1) 種村 友貴, 山下 秀一, 和戸 弘幸, 竹内 幸裕, 土屋 智由, 田畑 修: “多結晶シリコン薄膜の面外曲げ振動を用いた疲労寿命評価”, 第4回マイクロナノ工学シンポジウム講演論文集, 10月22～24日 pp. 223-224 (2012).

博士論文に関するもの以外

1. 学術論文

- (1) 日下部 達哉, 種村 友貴, 樋口 雄一, 菅野 公二, 土屋 智由, 田畑 修: "DNA を利用した Au ナノ微粒子のシーケンシャルセルフアセンブル", 粉体工学会誌 Vol. 45, No. 3, pp.156-161 (2008).

2. 国際会議論文

- (1) T. Tanemura, Y. Higuchi, T. Kusakabe, K. Sugano, T. Tsuchiya and O. Tabata: "Contact potential difference for sequential assembly and face alignment of submillimeter components", The 21st IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Tucson, AZ, Jan. 13-17, pp. 1056-1059 (2008).
- (2) T. Tanemura, Y. Higuchi, T. Kusakabe, K. Sugano, T. Tsuchiya, O. Tabata and K. F Böhringer: "Contact Potential Difference for Face Alignment of Submillimeter Components with Chemical Reaction Kinetics", The 5th Annual Conference on Foundations of Nanoscience (FNANO2008), April 22-25, Salt Lake, USA (2008).
- (3) T. Tanemura, G. Lopez, R. Sato, K. Sugano, T. Tsuchiya, O. Tabata, M. Fujita, and M. Maeda: "Sequential and selective self-assembly of micro components by DNA grafted polymer", The 22nd IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Sorrent, Italy, Jan. 25-29, pp. 184-187 (2009).
- (4) T. Kusakabe, T. Tanemura, Y. Higuchi, K. Sugano, T. Tsuchiya and O. Tabata, "DNA mediated sequential self-assembly of nano/micro components", The 21st IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Tucson, AZ, Jan. 13-17, pp. 1052-1055 (2008).
- (5) G. Lopez, T. Tanemura, R. Sato, T. Saeki, Y. Hirai, K. Sugano, T. Tsuchiya, O. Tabata, M. Fujita, and M. Maeda: "DNA-Grafted-Polymer Mediated Self-Assembly of Micro Components", The 5th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems, Xiamen, China, Jan. 20-23, pp.248-252 (2010).
- (6) T. Enomoto, T. Tanemura, S. Yamashita, H. Wado, Y. Takeuchi, Y. Hattori: "Multi-gas Sensor by Infrared Spectrometer", to be published in FISITA 2012 World Automotive Congress, Beijing, China, Nov. 27-30 (2012).
- (7) Y. Higuchi, T. Kusakabe, T. Tanemura, K. Sugano, T. Tsuchiya and O. Tabata: "Manipulation system for nano/micro components integration via transportation and self-assembly", The 21st IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, Tucson, AZ, Jan. 13-17, pp. 836-839 (2008).

3. 国内会議論文

- (1) 種村 友貴, 日下部 達哉, 樋口 雄一, 種村 友貴, 佐藤 亮, 菅野 公二, 土屋 智由, 田畑 修: “接触帯電による静電付着エネルギーを利用したセルフアセンブル”, 年次大会講演論文集, 9月7日, pp.313-314 (2007).
- (2) 佐藤 亮, 種村 友貴, 樋口 雄一, 菅野 公二, 土屋 智由, 田畑 修: ”接触帯電による静電付着エネルギーを利用したセルフアセンブルとアセンブルプロセスのモデリング”, IIP 情報・知能・精密機器部門講演会講演論文集, 3月17日, pp.271-274 (2008).
- (3) 樋口 雄一, 日下部 達哉, 種村 友貴, 佐藤 亮, 菅野 公二, 土屋 智由, 田畑 修: “任意基板への微小要素の集積化のためのマニピュレーションシステム”, IIP 情報・知能・精密機器部門講演会講演論文, 3月17日, pp.269-270 (2008).

---

謝辞

本研究を開始するにあたり、社会人ドクターでの入学を快く了承して頂き、適切な御助言を賜ると共に、期間短縮での修了に御尽力頂きました京都大学 工学研究科マイクロエンジニアリング専攻 ナノ・マイクロシステム工学研究室 田畑 修教授に厚く御礼申し上げます。研究を遂行進めるにあたり、同室の土屋 智由准教授には、平素から研究内容についての御助言・御指導を頂き、短期間で非常に有意義な研究活動を行うことができました。また、論文の執筆においては、お忙しい中にも関わらず幾度となく添削・御指導をして頂きました。ここに深く感謝申し上げます。

多結晶シリコン薄膜の機械的物性や EBSD による粒径・配向性などの膜質評価に関しての御協力・御助言を頂きました 株式会社豊田中央研究所 主任研究員 景山恭行氏、主任技師 門浦弘明氏に厚く御礼申し上げます。

試験デバイスの作製・実装、試験装置の製作に際し、株式会社デンソー 基礎研究所 特殊実験室の皆様には、多くの御協力・御助言を頂き、ここに厚く御礼申し上げます。株式会社デンソー エレクトロニクス研究部 半導体プロセス研究 1 室、竹内幸裕氏、和戸弘幸氏、山下秀一氏には、研究内容について、日頃から御助言・御指導を頂きました。ここに深く謝意を申し上げます。社会人ドクターコース進学への理解と支援をして頂いた株式会社デンソーと関係者の皆様に感謝致します。

最後に、日頃の研究活動を支えて頂きました、周囲の全ての皆様に感謝申し上げます。